



Etude de la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement

Quoc Gia Hoang

► To cite this version:

Quoc Gia Hoang. Etude de la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement. Matériaux. Université de Cergy Pontoise, 2015. Français. NNT : 2015CERG0766 . tel-01341115

HAL Id: tel-01341115

<https://theses.hal.science/tel-01341115>

Submitted on 4 Jul 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE de DOCTORAT

de

Quoc Gia HOANG

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE CERGY-PONTOISE

Spécialité : Génie Civil

Sujet de la thèse :

***ÉTUDE DE LA SÉGRÉGABILITÉ DES COULIS CIMENTAIRES
SOUS CISAILLEMENT***

Membres du jury

Sofiane AMZIANE	Professeur, Institut Pascal - Polytech Clermont	<i>Rapporteur</i>
Arnaud PERROT	MCF HDR, Université de Bretagne-Sud	<i>Rapporteur</i>
Frédéric DUFOUR	Professeur, INP de Grenoble	<i>Examineur</i>
Abdelhak KACI	MCF, Université de Cergy-Pontoise	<i>Co-encadrant</i>
Jean-Louis GALLIAS	Professeur, Université de Cergy-Pontoise	<i>Directeur de thèse</i>
El-Hadj KADRI	Professeur, Université de Cergy-Pontoise	<i>Directeur de thèse</i>

REMERCIEMENTS

Ce Travail a été effectué au sein du Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC), de l'Université de Cergy-Pontoise.

Cette thèse a été réalisée sous la direction du Professeur El-Hadj KADRI et du Professeur Jean-Louis GALLIAS. Je tiens à leur adresser ma très profonde gratitude pour m'avoir encadré, guidé et fait partager leur expérience et leurs réflexions. Merci pour le grand degré de liberté qu'ils m'ont accordé et pour la confiance qu'ils m'ont témoignée. Leurs qualités humaines et scientifiques sont exceptionnelles.

Je suis très reconnaissant envers Monsieur Abdelhak KACI, Maître de Conférences à l'Université de Cergy-Pontoise – co-encadrant de thèse. Je ne saurais le remercier assez pour sa contribution dans ce travail et le temps qu'il m'a consacré.

Je tiens à exprimer mes profonds remerciements à Monsieur Sofiane AMZIANE, Professeur à l'Institut Pascal - Polytech Clermont et à Monsieur Arnaud PERROT, Maître de Conférences - HDR à l'Université de Bretagne-Sud, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma sincère reconnaissance.

J'exprime mes remerciements à Monsieur Frédéric DUFOUR, Professeur à l'INP de Grenoble, pour avoir bien voulu accepter de participer à mon jury, prouvant ainsi l'intérêt qu'il porte au sujet de cette thèse.

J'exprime ma gratitude à tous les membres du laboratoire et les amis doctorants pour leurs disponibilités et leurs gentillesse. Avec eux j'ai discuté et débattu de mes travaux, chose qui m'a permis, plus d'une fois, d'y voir plus clair et dénouer certains problèmes.

Enfin, je ne peux pas terminer mes remerciements sans évoquer ma famille, en particulier, Ngo et Phi pour leur soutien et leur encouragement permanent tout au long de ce travail. Et j'aimerais que mes parents sachent que cette thèse leur est due. Je leur en suis infiniment reconnaissant.

RÉSUMÉ

L'objectif de ce travail est d'étudier le phénomène de ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement et de déterminer un critère rhéométrique quantitatif capable d'évaluer leur ségrégabilité pendant les essais de caractérisation rhéologique.

Pour répondre à cet objectif, un protocole expérimental spécifique a été développé permettant, d'une part, la caractérisation rhéologique des coulis cimentaires sous cisaillement et, d'autre part, le suivi de leur état de stabilité au cours de la caractérisation. Un rhéomètre à cylindres coaxiaux de type Couette a été employé pour la mise en œuvre d'un essai rhéométrique composé de deux cycles et de différents paliers de taux de cisaillement, permettant la caractérisation rhéologique des coulis. L'essai rhéométrique a été effectué systématiquement deux fois en faisant varier le rapport du volume cisailé – volume non cisailé dans le rhéomètre. La caractérisation rhéologique des coulis a été associée à plusieurs mesures de masse volumique dans les différentes parties du rhéomètre à des moments caractéristiques de l'essai rhéométrique permettant le suivi de sa stabilité et l'évaluation quantitative d'une éventuelle ségrégation.

Les relations possibles entre le comportement rhéologique spécifique des coulis ségrégatifs et l'évolution de la fraction solide du coulis dans le volume cisailé du rhéomètre ont été recherchées. L'influence des différents paramètres de formulation tels que le rapport E/C, la nature et le dosage en adjuvant fluidifiant, le dosage en agent de viscosité et l'introduction d'additions calcaires en substitution du ciment sur la ségrégation dynamique des coulis cimentaires a été étudiée de manière détaillée. L'ensemble des résultats a permis, en premier lieu, de déterminer la spécificité du comportement rhéologique des coulis ségrégatifs et, en deuxième lieu, de définir un nouveau critère basé uniquement sur les mesures rhéométriques permettant de quantifier la ségrégabilité des coulis cimentaires pendant la caractérisation rhéologique à cause du cisaillement. Ce critère rhéométrique est très fortement corrélé à la diminution de la fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé dans le rhéomètre pendant l'essai rhéométrique indépendamment des paramètres de composition du coulis.

MOTS CLÉS

Coulis cimentaire, Ségrégation, Stabilité, Rhéologie, Fraction solide, Formulation.

ABSTRACT

This work aims to study the phenomenon of segregation of cement grout under shearing and determine a quantitative rheometric criterion which can evaluate their segregability during the rheological characterization tests.

To meet this objective, a specific experimental protocol was developed, firstly, for the rheological characterization of cement grout under shearing and secondly, for the flowing-up of their state of stability during the characterization. A rotational rheometer with coaxial-cylinder geometry (Couette type) was used for the implementation of a rheometric test composed of two shearing cycles with various steps of shear rate allowing the rheological characterization of the grout. The rheometric test was systematically performed twice by varying the ratio of the sheared volume and un-sheared volume in the rheometer. The rheological characterization of the grout has been associated with several density measurements in different parts of the grout in the rheometer at the characteristic times during the rheometric test allowing the monitoring of its stability and/or quantitative segregability.

The possible relationship between the specific rheological behavior of segregative grout and the evolution of solid fraction in the sheared volume in the rheometer was studied. The influence of different mix designs such as the W/C ratio, nature and dosage of superplasticizer, dosage of viscosity modifying admixture and the introduction of limestone additions on the dynamic segregation of cement grouts was researched in detail. The overall results allowed, firstly, determining the specificity of the rheological behavior of segregative grout and, secondly, defining a new criterion based only on the rheometric measurements to quantify the segregability of the cement grout during the characterization rheology and resulting from shearing. This rheometric criterion is strongly correlated with the decrease in the volume fraction in the upper part of the sheared volume in the rheometer during the rheometric test, and independent of the mix design of the grout.

KEY WORDS

Cement grout, Segregation, Stability, Rheology, Solid fraction, Mix design.

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	4
1.1. Introduction	4
1.2. Rhéologie des matériaux cimentaires à l'état frais.....	5
1.2.1. Notions de base de rhéologie	6
1.2.1.1. Contrainte de cisaillement τ [Pa].....	6
1.2.1.2. Taux de cisaillement (ou vitesse de cisaillement) $\dot{\gamma}$ [1 / s]	6
1.2.1.3. Seuil de cisaillement τ_0 [Pa]	7
1.2.1.4. Viscosité dynamique μ [Pa.s]	7
1.2.1.5. Concentration volumique solide Φ_s	8
1.2.1.6. Viscosité et concentration volumique solide.....	9
1.2.2. Comportement rhéologique.....	9
1.2.2.1. Lois de comportement rhéologique.....	9
1.2.2.2. La thixotropie et antithixotropie.....	10
1.2.3. Mesures des paramètres rhéologiques.....	12
1.2.3.1. Rhéométrie	14
1.2.3.2. Rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux (type Couette).....	15
1.3. Facteurs influençant la rhéologie des matériaux cimentaires.....	18
1.3.1. Influence du rapport E /C	18
1.3.2. Influence des adjuvants (organiques)	19
1.3.3. Influence des additions minérales	21
1.4. Stabilité des coulis cimentaires : problème de ségrégation.....	22
1.4.1. La structure floculée et instabilité des coulis cimentaires.....	23
1.4.2. Méthodes de caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires.....	25
1.4.2.1. Ségrégation statique	25

1.4.2.2. Ségrégation sous cisaillement	29
1.4.2.3. Facteurs influençant la ségrégation des coulis cimentaires.....	30
1.5. Conclusion.....	35
CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX ET MATÉRIELS D'EXPÉRIMENTATION	37
2.1. Introduction	37
2.2. Matériaux	37
2.2.1. Ciment CEM I 52.5 N CP2	37
2.2.2. Filler calcaire (CA).....	38
2.2.3. Superplastifiants (SP).....	39
2.4.3.1. Superplastifiant SP1	40
2.4.3.2. Superplastifiant SP2	40
2.2.4. Agent de viscosité (AV).....	41
2.3. Matériels.....	42
2.3.1. Malaxeur.....	42
2.3.2. Essais au mini cône	43
2.3.3. Essais rhéométriques et mesure de la masse volumique pendant les essais.....	44
2.4.3.1. Type de rhéomètre.....	44
2.4.3.2. Calcul des grandeurs rhéologiques.....	46
2.4.3.3. Avantages et inconvénients de l'appareil utilisé	47
2.4.3.4. Mesures de la masse volumique du coulis dans le rhéomètre.....	48
2.3.4. Essai de caractérisation de la ségrégation statique et mesure de la masse volumique.....	49
2.4. Synthèse	50
CHAPITRE 3 : MISE AU POINT D'UN PROTOCOLE DE CARACTÉRISATION DU POTENTIEL DE SÉGRÉGATION DES COULIS CIMENTAIRES SOUS CISAILEMENT.....	51
3.1. Introduction	51
3.2. Protocole de caractérisation du potentiel de ségrégation des coulis cimentaires	52

3.2.1.	Principe du protocole	52
3.2.2.	Justification du choix des paramètres du protocole.....	53
3.2.2.1.	Pré-cisaillement à un taux élevé.....	53
3.2.2.2.	Les mesures en phase descendante.....	54
3.2.2.3.	La gamme du taux de cisaillement	55
3.2.2.4.	La durée de chaque palier de cisaillement.....	56
3.2.2.5.	Les essais rhéométriques avec des gaps de 1 et de 10 mm	57
3.2.2.6.	Répétabilité des essais rhéométriques	59
3.3.	Caractérisation de la ségrégation des coulis au cours des essais rhéométriques.....	60
3.4.	Caractérisation de la ségrégation statique des coulis cimentaires.....	62
3.5.	Validation de la méthodologie de caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires	63
3.5.1.	Potentiel de ségrégation au repos	63
3.5.2.	Potentiel de ségrégation sous cisaillement	65
3.5.2.1.	Variation de la masse volumique au cours de la caractérisation rhéométrique.....	65
3.5.2.2.	Variation de la contrainte de cisaillement au cours de l'essai rhéométrique	69
3.5.2.3.	Comportement rhéologique du coulis au cours des différents cycles.	72
3.6.	Synthèse	75
 CHAPITRE 4 : ÉTUDE DE LA SÉGRÉGABILITÉ DES COULIS CIMENTAIRES SOUS CISAILLEMENT EN FONCTION DU RAPPORT E/C ET DU DOSAGE EN SUPERPLASTIFIANT ET DÉFINITION D'UN CRITÈRE RHÉOMÉTRIQUE DE SÉGRÉGABILITÉ.....		76
4.1	Introduction	76
4.2	Relation entre la masse volumique et la fraction volumique solide.....	76
4.3	Influence du rapport E/C sur la ségrégation.....	78
4.3.1	Coulis sans adjuvant.....	79
4.3.1.1	Ségrégation statique	79

4.3.1.2	Ségrégation sous cisaillement	81
4.3.2	Coulis avec superplastifiant	84
4.3.2.1	Ségrégation statique	85
4.3.2.2	Ségrégation sous cisaillement	85
4.4	Influence du dosage en superplastifiant	89
4.4.1	Etalement et ségrégation statique	90
4.4.2	Ségrégation sous cisaillement	91
4.4.2.1	Variation de la fraction solide	91
4.4.2.2	Variation de la contrainte de cisaillement	99
4.5	Rapprochement entre comportement rhéologique des coulis ségréatifs et ségrégation	105
4.6	Evaluation du potentiel de ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement..	107
4.7	Détermination d'un critère de ségréabilité d'un coulis sous cisaillement.....	108
4.8	Conclusion.....	112
CHAPITRE 5 : INFLUENCE DES DIFFÉRENTS PARAMÈTRES DE COMPOSITION SUR LA SÉGRÉGABILITÉ DES COULIS CIMENTAIRES SOUS CISAILEMENT.....		114
5.1	Introduction	114
5.2	Influence de la nature du superplastifiant.	114
5.2.1	Ségrégation statique	115
5.2.2	Ségrégation sous cisaillement	116
5.2.2.1	Variation de la fraction solide	116
5.2.2.2	Variation de la contrainte de cisaillement	117
5.3	Influence de l'agent de viscosité	120
5.3.1	Ségrégation statique	121
5.3.2	Ségrégation sous cisaillement	122
5.3.2.1	Variation de la fraction solide	122
5.3.2.2	Variation de la contrainte de cisaillement	123

5.4	Influence de l'addition calcaire	125
5.4.1	Ségrégation statique	125
5.4.2	Ségrégation sous cisaillement	126
5.4.2.1	Variation de la fraction solide	126
5.4.2.2	Variation de la contrainte de cisaillement	129
5.5	Evaluation du potentiel de ségrégation des coulis cimentaires	130
5.6	Conclusion.....	133
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES		134
RÉFÉRENCES		139
ANNEXE		145
LISTE DES FIGURES.....		151
LISTE DES TABLEAUX		160

INTRODUCTION

Les coulis cimentaires sont largement utilisés dans le domaine du génie civil au travers de différentes applications, telles que la stabilisation des sols, le renforcement des structures fissurées, la réparation des maçonneries ou le remplissage des gaines de précontrainte. Ils sont également présents dans tous les bétons étant donné qu'ils constituent la phase fluide dans laquelle les granulats (sables et gravillons) sont en suspension. Une des propriétés essentielles que les coulis cimentaires doivent posséder pour toutes les applications précédentes est de rester homogènes sous l'action de leur propre poids une fois mis en place et jusqu'à leur durcissement. C'est à dire, ils ne doivent pas présenter de ségrégation ou de ressuage. C'est la stabilité statique du coulis qui désigne cette propriété essentielle. La stabilité statique d'un coulis peut être évaluée, facilement, par des simples essais de suivi de l'homogénéité d'une colonne de coulis au repos. Toute éventuelle instabilité se traduit par une perte de densité au voisinage de la surface libre et/ou par la formation d'une phase dense au fond de la colonne. Cependant, lorsque le coulis cimentaire est soumis à de taux de cisaillement importants, pendant les opérations d'injection par exemple, son homogénéité peut être compromise beaucoup plus facilement qu'au repos en raison des forces hydrodynamiques exercées sur les grains solides de la suspension en plus des forces de gravité. Lors d'une injection, le coulis doit présenter une stabilité face à ces phénomènes dynamiques. Or, l'évaluation de la stabilité dynamique d'un coulis s'avère beaucoup plus difficile que celle de la stabilité statique dans la mesure où toute éventuelle instabilité résulte de l'historique rhéologique du coulis depuis sa fabrication. De plus, la formation d'hétérogénéités dépend des conditions hydrodynamiques locales. Pour cette raison, la stabilité dynamique des coulis cimentaires a été très peu étudiée jusqu'à présent.

Usuellement, le comportement rhéologique des coulis cimentaires peut être déterminé de manière précise et complète à l'aide des rhéomètres qui permettent d'identifier la loi de comportement et, donc, les caractéristiques rhéologiques des coulis cimentaires. La caractérisation rhéologique n'est valable que dans le cas où le matériau conserve son homogénéité et ne présente pas de ségrégation ou de ressuage. Pourtant, pendant la mesure rhéométrique, sous l'action du cisaillement, la stabilité dynamique du coulis peut être compromise détériorant la qualité et la fiabilité des mesures. Malgré le très grand nombre d'études consacrées au comportement rhéologique des coulis cimentaires, surtout en ce qui concerne l'influence des paramètres de composition, très peu d'études se sont focalisées sur le

problème de stabilité dynamique. La plupart des chercheurs se limitent à une vérification visuelle du maintien de l'homogénéité du coulis pendant les essais. Très peu de chercheurs ont étudié le phénomène de ségrégation dynamique du coulis dans le rhéomètre ; aucune méthodologie fiable pour évaluer le potentiel de ségrégation d'un coulis sous cisaillement n'a été proposée jusqu'à présent. Or, l'évaluation du potentiel de ségrégation est très important tant en ce qui concerne la fiabilité des caractérisations rhéologiques des coulis cimentaires qu'en ce qui concerne la qualité des injections. D'une part, les mesures rhéométriques ainsi que les paramètres rhéologiques déterminés, supposés intrinsèques, comme le seuil d'écoulement ou la viscosité, peuvent être erronées dans la mesure où le coulis perd son homogénéité. D'autre part, l'efficacité de l'injection peut être d'autant plus compromise que les particules du liant sont dispersées de manière hétérogène dans les interstices injectés.

Face à cette problématique, nous avons fixé comme objectif principal de notre travail d'étudier le phénomène de ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement et de déterminer un critère rhéométrique quantitatif capable d'évaluer leur ségrégabilité pendant les essais de caractérisation rhéologique.

Pour répondre à cet objectif nous avons, en premier lieu, développé un protocole expérimental spécifique permettant, d'une part, la caractérisation rhéologique des coulis cimentaires sous cisaillement et, d'autre part, le suivi de leur état de stabilité au cours de la caractérisation. Un rhéomètre à cylindres coaxiaux a été employé pour la mise en œuvre d'un essai rhéométrique composé de deux cycles et de différents paliers de taux de cisaillement, permettant la caractérisation rhéologique des coulis. L'essai rhéométrique a été effectué systématiquement deux fois en faisant varier le rapport du volume cisailé – volume non cisailé dans le rhéomètre. La caractérisation rhéologique des coulis a été associée à plusieurs mesures de masse volumique dans les différentes parties du rhéomètre à des moments caractéristiques de l'essai rhéométrique permettant le suivi de sa stabilité et l'évaluation quantitative d'une éventuelle ségrégation.

Nous avons, en deuxième lieu, cherché les relations possibles entre le comportement rhéologique spécifique des coulis ségrégatifs et l'évolution de la fraction solide du coulis dans le volume cisailé du rhéomètre. Ce qui nous a permis de déterminer un nouveau critère basé uniquement sur les mesures rhéométriques quantifiant la ségrégabilité des coulis cimentaires pendant l'essai rhéométrique à cause du cisaillement.

Nous avons, en dernier lieu, évalué l'influence des différents paramètres de formulation sur la ségrégation dynamique des coulis cimentaires. Ainsi, le rôle du rapport E/C, la nature et le dosage en adjuvant fluidifiant, le dosage en agent de viscosité et l'introduction d'additions

calcaires en substitution du ciment sur la ségrégabilité de coulis ont été étudiés de manière détaillée.

Notre étude de la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement est présentée dans ce mémoire qui se compose de 5 chapitres. Le premier est dédié à la revue bibliographique. Il comporte un rappel des connaissances générales sur la rhéologie, l'analyse du comportement rhéologique des coulis cimentaires, l'étude des facteurs influençant la rhéologie des coulis cimentaires, une synthèse des travaux consacrés à l'étude de la ségrégation statique et dynamique des suspensions des grains solides ainsi qu'une revue des principaux moyens mis en œuvre pour leur caractérisation.

Le chapitre 2 présente les caractéristiques des matériaux utilisés pour les essais (ciment, adjuvants, addition) et décrit les moyens expérimentaux et les modes opératoires mis en œuvre.

Le chapitre 3 est consacré à la définition d'une méthodologie de caractérisation du comportement rhéologique et de la ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement. Il développe plus particulièrement la justification des différents choix concernant le protocole expérimental suivi. Il comprend également une première validation expérimentale sur un coulis stable et un coulis ségrégatif.

Le chapitre 4 concerne la mise au point et la validation d'un critère rhéométrique de caractérisation quantitative de la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement en se basant sur l'étude de l'influence du rapport E/C et du dosage en superplastifiant sur le phénomène de ségrégation et sur le comportement rhéologique spécifique qui en résulte. Un diagramme de ségrégabilité est proposé illustrant les domaines de stabilité statique et dynamique des coulis cimentaires en fonction de ces deux paramètres.

Le dernier chapitre est dédié à l'étude de l'influence des différents paramètres de composition sur la ségrégation des coulis cimentaires. Il inclut également la vérification du critère rhéométrique de ségrégabilité sur une large gamme de variations des principaux paramètres de composition.

Le mémoire se termine par une conclusion générale et un bref aperçu des perspectives que ce travail de recherche a permis d'ouvrir.

CHAPITRE 1 :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1.Introduction

Dans la littérature, l'étude des propriétés rhéologiques des coulis cimentaires et des bétons est largement documentée. Outre les travaux traitant de la maniabilité et de l'ouvrabilité (essais empiriques et technologiques), de très nombreuses études ont été consacrées à l'établissement des courbes d'écoulement, des paramètres rhéologiques et du comportement rhéologique des coulis. Par contre, très peu d'études sont consacrées au problème de la ségrégation des coulis cimentaires qui peut être induite lors des essais rhéologiques en particulier lorsque de fort taux de cisaillement sont appliqués. En effet, dans ce cas-là, des particules polydisperses peuvent se séparer et ségréger affectant ainsi d'une manière très significative les propriétés rhéologiques de la suspension de ciment. Cette ségrégation induite par les forces hydrodynamiques peut avoir des conséquences importantes sur les propriétés finales des coulis soumis aux mêmes conditions, par exemple dans le cas des coulis injectés.

Ce chapitre est dédié à une revue des connaissances principales sur l'étude de la rhéologie des coulis cimentaires et le phénomène de ségrégation sur ce type de matériau.

Tout d'abord nous commençons par mettre en revue les connaissances générales sur la rhéologie des matériaux cimentaires. Des rappels et précisions seront développés sur les notions de base de la rhéologie nécessaires à l'interprétation des résultats de ce travail. Ensuite nous décrivons les différents comportements rhéologiques et les méthodes de mesures des paramètres rhéologiques. Le principe de mesure des paramètres rhéologiques moyennant un rhéomètre rotatif à cylindres coaxiaux, utilisé dans cette étude, sera développé. Enfin, l'influence des différents paramètres de composition telle que le rapport E/C, le dosage en adjuvant, l'addition minéral sur le comportement rhéologique des coulis cimentaires est mise en revue.

Dans la deuxième partie, nous présentons de manière générale, le phénomène de ségrégation des coulis et les méthodes de sa caractérisation en statique (effet de la gravité) et en dynamique (sous cisaillement). Ensuite, les facteurs influençant la ségrégation seront présentés d'une manière succincte. Enfin, sur la base d'une synthèse des connaissances bibliographiques, la problématique de notre travail est présentée.

1.2. Rhéologie des matériaux cimentaires à l'état frais

Les matériaux cimentaires sont composés essentiellement d'un liant hydraulique qui est le ciment auquel on rajoute de l'eau avec une certaine quantité pour former une pâte cimentaire appelée également un coulis sous certaines conditions. Si du sable est introduit on parle de mortier. Le terme béton est utilisé lorsque des granulats sont rajoutés. En fonction de la taille des granulats donc on passe par trois échelles différentes : coulis/pâte, mortier et béton.

Les propriétés à l'état frais jouent un rôle majeur sur la qualité des bétons à l'état durci et sur leur durabilité. En effet, les caractéristiques du béton à l'état durci, par exemple, dépendent souvent de celles que possédait le béton frais durant son transport, sa mise en place et sa finition. Le coût de mise en place du béton (main d'œuvre, équipements) est aussi important que celui du matériau lui-même. D'ailleurs, la maniabilité du béton frais est souvent un facteur décisif qui affecte les profits ou les pertes associées à la production ou à la mise en place du béton. De plus la maniabilité a une grande influence sur la qualité et les performances du matériau à l'état durci (Hu 1995).

L'étude des propriétés des matériaux cimentaires à l'état frais implique plusieurs concepts (stabilité, compacité, mobilité) représentés sur la Figure 1- 1.

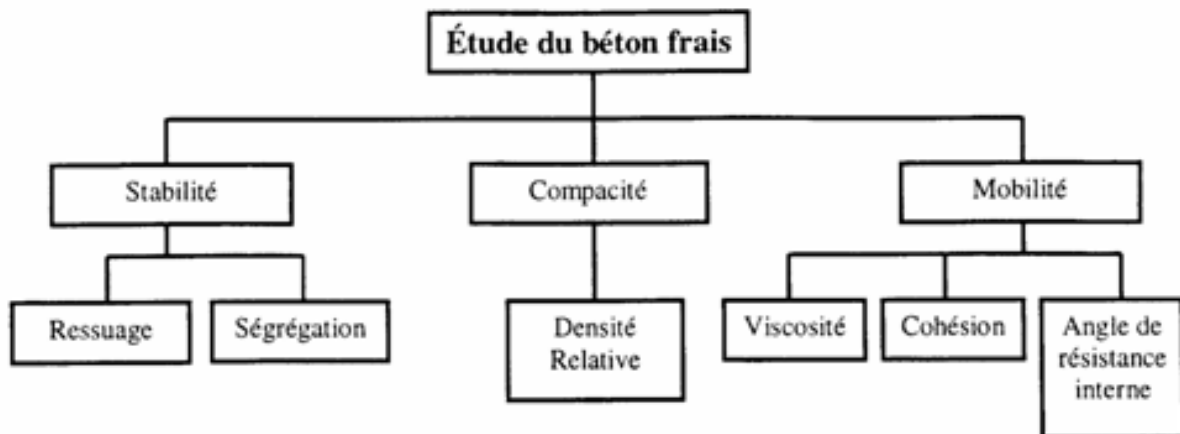


Figure 1- 1: Classification des types de recherche sur le béton frais d'après (Roy et al. 1982)

Pour décrire le comportement d'un matériau cimentaire de composition complexe, souvent une approche macroscopique est utilisée en considérant le matériau comme homogène avec ou sans séparation de phase. Des mesures rhéologiques peuvent être utilisées pour caractériser le comportement de ce type de matériau à l'état frais (au jeune âge) et avant toute réaction chimique (prise).

1.2.1. Notions de base de rhéologie

Par définition, la rhéologie est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière sous l'effet d'une contrainte appliquée, variable ou non au cours du temps. Le but de l'étude du comportement rhéologique d'un fluide est d'estimer le système de forces nécessaires pour causer une déformation spécifique, ou la prédiction des déformations causées par l'application des forces. Il est ainsi possible d'établir des relations entre les contraintes, les déformations et le temps d'application ou de réponse.

1.2.1.1. Contrainte de cisaillement τ [Pa]

Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, les couches sont animées d'un mouvement relatif les unes par rapport aux autres : deux couches successives, au contact l'une de l'autre, se déplacent relativement l'une par rapport à l'autre (G.Conrrazé et J.L.Grossiord 2014). On peut ainsi dire que la contrainte de cisaillement est la force que l'on exerce par unité de surface du fluide:

$$\tau = dF/dS \quad (Eq 1. 1)$$

où:

dS : surface élémentaire d'une couche cisailée.

dF : projection de la force de frottement tangentielle.

1.2.1.2. Taux de cisaillement (ou vitesse de cisaillement) $\dot{\gamma}$ [1/s]

Souvent appelée *gradient de vitesse*, il s'agit de la vitesse de déformation de deux couches successives de matériau cisailé, qui représente donc la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement (Figure 1- 2) donnée par l'équation suivante :

$$\gamma = dx/dz \quad (Eq 1. 2)$$

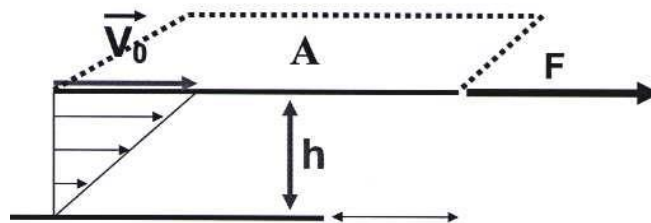


Figure 1- 2: Schéma de la déformation de cisaillement

La vitesse de cisaillement, appelée également *gradient de vitesse* ou *taux de cisaillement* :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d}{dt} \left(\frac{dx}{dz} \right) = \frac{d}{dz} \left(\frac{dx}{dt} \right) = \frac{dv}{dz} \quad (Eq 1. 3)$$

1.2.1.3. Seuil de cisaillement τ_0 [Pa]

C'est la contrainte de cisaillement minimale à atteindre pour que le fluide s'écoule. Pour des contraintes plus faibles, le corps ne présente pas de déformation permanente et se comporte comme un solide (Evans 1992).

Les fluides ne possédant pas de seuil de cisaillement sont dits exclusivement visqueux ; ceux qui en possèdent un sont dits viscoplastiques.

1.2.1.4. Viscosité dynamique μ [Pa.s]

La viscosité est la résistance à l'écoulement d'un système soumis à une contrainte tangentielle.

Le coefficient de viscosité est une grandeur physique qui joue un rôle essentiel dans la rhéologie des fluides.

On en distingue plusieurs types, dont le principal est la viscosité dynamique ou apparente (μ), définie par la relation :

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (Eq 1. 4)$$

Sur une courbe d'écoulement $\tau - \dot{\gamma}$, la viscosité apparente est égale, pour un point donné de la courbe (donc une valeur de τ ou de $\dot{\gamma}$), à la pente de la droite joignant l'origine au point représentatif considéré.

On définit la viscosité cinématique ν d'un fluide à partir de sa viscosité dynamique μ par la relation :

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (Eq 1. 5)$$

ρ étant la densité du fluide.

Elle correspond au temps qu'il faudrait à un fluide pour s'écouler dans un tube capillaire par la force de gravité. Son unité est le m^2/s , mais on utilise plus fréquemment l'ancienne unité, le Stokes (cm^2/s) ou, en pratique, le centi-Stokes (cSt), équivalent à $1 mm^2/s$.

1.2.1.5. Concentration volumique solide Φ_s

Dans l'industrie cimentaire, les quantités des constituants sont souvent exprimées en rapport massiques compte-tenu que les valeurs données correspondent à une unité de volume d'un mètre cube et les masses volumiques sont connues et varient peu même si l'origine d'approvisionnement des matériaux de base varie. Cependant, pour décrire le comportement des suspensions il est courant en rhéologie d'exprimer les proportions des solides, des liquides et éventuellement des gaz (présence de l'air occlus) occupant un volume donné de l'espace. En général, on considère que la quantité de l'air est négligeable et qu'on est en présence que de deux phases l'une solide et l'autre liquide. La fraction totale qui est la somme des fractions solides et liquides est supposée égale à l'unité.

On définit une concentration volumique solide correspondant au volume maximum de particules solides que l'on peut placer dans un volume total par :

$$\phi_s = \frac{V_s}{V_T} = \frac{V_s}{V_s + V_E} \quad (\text{Eq 1. 6})$$

Avec V_s : volume des particules solides présentes dans la suspension (à l'échelle des couliss cimentaires : ciment, fillers ...)

V_E : volume du liquide (eau). V_T : volume total.

Dans le cas d'une pâte de ciment additionnée de fines minérales, on relie la concentration volumique ϕ au rapport massique E/C (eau/ciment) ou E/L (eau/liant), où L représente le liant formé par le ciment et les additions minérales par les relations suivantes (Cyr 1999).

La fraction volumique peut s'exprimer :

- En fonction de E/C :

$$\phi = \frac{X}{X + E / C}$$

avec $X = \left(\frac{1}{\rho_c} + \frac{p}{(1-p)\rho_a} \right)$ (Eq 1. 7)

- En fonction de E/L :

$$\phi = \frac{Y}{Y + E / L}$$

avec $Y = \left(\frac{1-p}{\rho_c} + \frac{p}{\rho_a} \right)$ (Eq 1. 8)

Où p est le taux de substitution massique du ciment par un autre composant et ρ_c et ρ_a sont respectivement les densités du ciment et de l'addition.

1.2.1.6. Viscosité et concentration volumique solide

Dans le cas des suspensions diluées (faible fraction volumique $<0,3$), où les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres, à faible taux de cisaillement la viscosité effective η d'une suspension stabilisée suit la relation d'Einstein :

$$\frac{\eta}{\eta_f} = 1 + 2.5\phi_s + O(\phi_s^2) \quad (Eq 1. 9)$$

où η_f est la viscosité du fluide.

Ce calcul est basé sur l'effet de la dissipation visqueuse créé par l'écoulement autour d'une sphère unique. Hors dans le cas des coulis cimentaires on est en général dans un régime semi-dilué ou plus généralement concentré. Par conséquent l'Eq 1.9 n'est plus valable. Pour tenir compte de l'effet de la présence d'autres particules et de l'effet de traînée qui peut influencer la sphère ou les sphères voisines plusieurs modèles empiriques ont été proposés. L'expression la plus utilisée pour la viscosité est celle de Krieger-Dougherty (Krieger et Dougherty 1959)

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_f} = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-[\eta]\phi_m} \quad (Eq 1. 10)$$

où $[\eta]$ est la viscosité intrinsèque. Les paramètres de cette équation, $[\eta]$ et ϕ_m ont été tabulés par Barnes (Barnes et Wales 2002). Ce modèle prend en considération également le fait que la viscosité diverge au fur et à mesure que ϕ se rapproche de la fraction volumique de l'empilement compact ϕ_m (Pour des sphères dures $\phi_m \approx 0.63$).

1.2.2. Comportement rhéologique

Dans cette partie nous allons décrire les différentes lois de comportement rhéologique, des modèles associés aux écoulements de suspensions. Les effets transitoires sont également rappelés par une définition simplifiée de la thixotropie et l'antithixotropie.

1.2.2.1. Lois de comportement rhéologique

En régime permanent, les différents types d'écoulement sont généralement définis par leur rhéogrammes $\tau - \dot{\gamma}$, aussi appelés courbes d'écoulement. La Figure 1- 3 représente différents types de comportements rhéologiques :

* Fluide visqueux, présentant un écoulement permanent sous son poids propre.

* Fluide viscoplastique, fluide visqueux au-delà d'une certaine contrainte «seuil ». On distingue les fluides viscoplastiques rhéofluidifiants ou rhéoépaississants.

* Fluide plastique, c'est à dire en écoulement permanent lorsqu'un certain état de contrainte (seuil) est atteint. On distingue des écoulements plastiques dilatants et contractants.

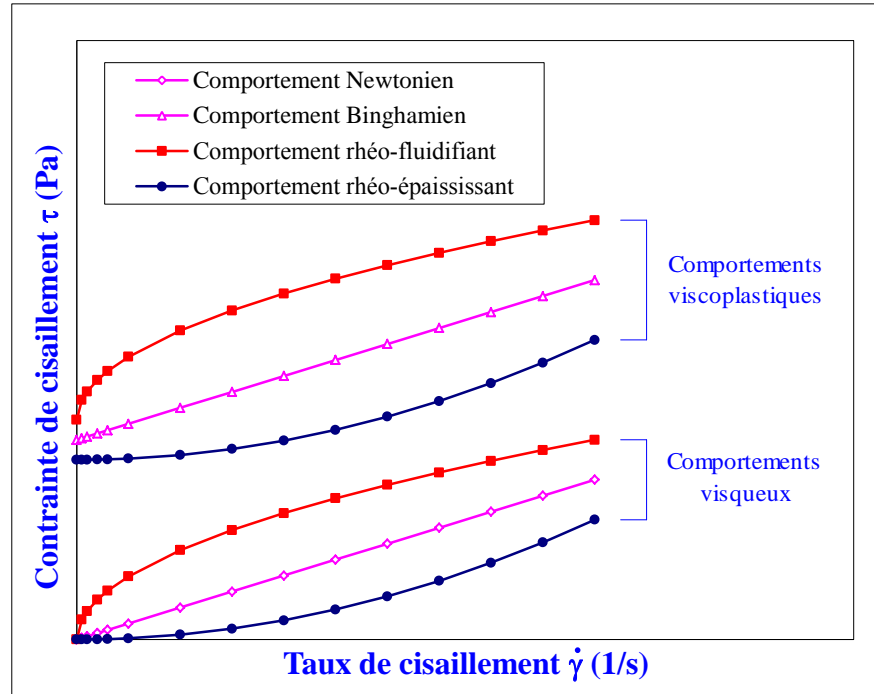


Figure 1- 3: Représentation schématique des courbes d'écoulement correspondant à différents types de comportements rhéologiques.

1.2.2.2. La thixotropie et antithixotropie

A un taux de cisaillement fixe, certains matériaux présentent une augmentation (Antithixotropie) ou une diminution (Thixotropie) des valeurs des contraintes de cisaillements (et des viscosités apparentes) en fonction de l'évolution du temps.

Certaines suspensions peuvent présenter un écoulement dont les caractéristiques dépendent du temps ou des traitements antérieurs (fluides à mémoire). C'est le cas des corps thixotropes caractérisés par une diminution réversible de la viscosité apparente lors d'une sollicitation à vitesse constante. Cette propriété est généralement caractéristique des suspensions floculées. Elle est liée à la destruction progressive des flocs sous cisaillement. Les rhéogrammes de telles suspensions présentent une boucle d'hystérésis, c'est à dire que la courbe de montée en cisaillement ne coïncide pas avec la courbe de descente (Figure 1-4 et Figure 1-5)

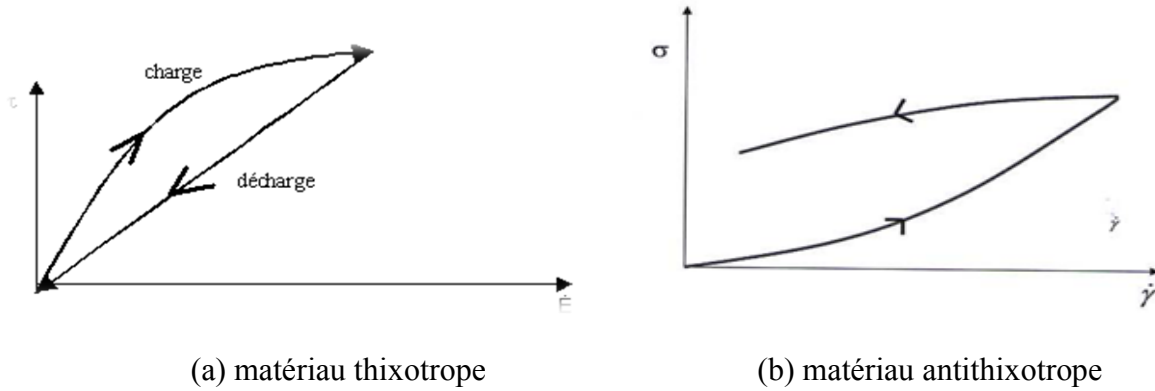


Figure 1- 4 : Schématisation des rhéogrammes correspondant à des produits : (a) thixotrope
(b) antithixotrope

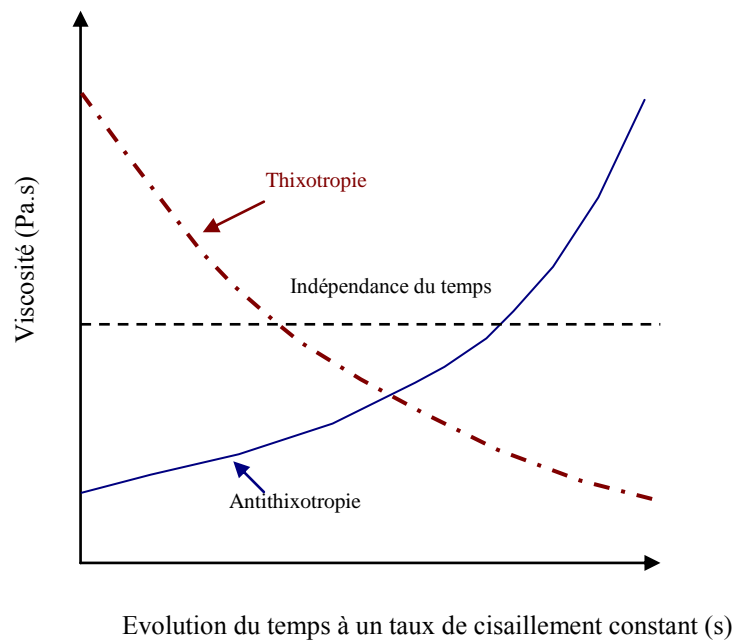


Figure 1- 5: Comportement dépendant du temps

D'un point de vue physique, la thixotropie est le résultat d'une déstructuration du fluide en écoulement s'accompagnant d'une diminution provisoire de la barrière d'énergie potentielle associée aux interactions entre particules (Roussel *et al.* 2012).

Lorsqu'un matériau thixotrope est soumis à un taux de cisaillement suffisant, les amas de particules, de sa structure initiale (A), se défloquent jusqu'à arrêt de la sollicitation (Figure 1-6). Cela se traduit par une diminution de la viscosité apparente. Une partie des flocs se reforme à un temps donné (C) et pour un matériau parfaitement thixotrope, il reprend sa viscosité initiale correspondant à la structure initiale (A) (Phan 2007).

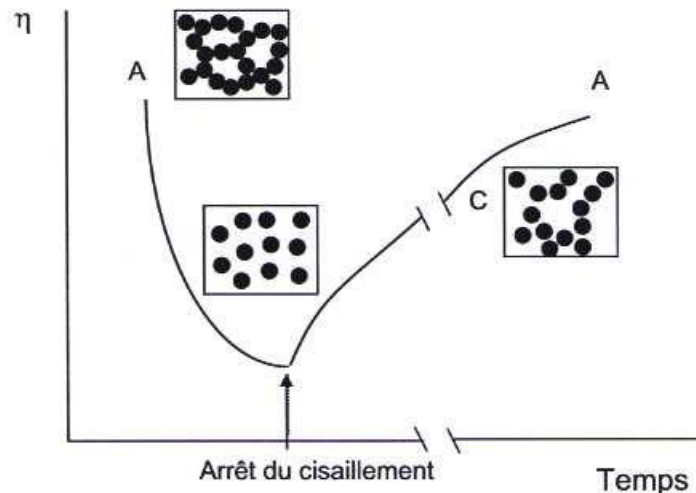


Figure 1- 6: Evolution de la viscosité en fonction du temps d'un matériau thixotrope soumis une contrainte de cisaillement maintenue constante puis nulle. [D'après Phan (2007)]

1.2.3. Mesures des paramètres rhéologiques

Les matériaux cimentaires sont des matériaux multiphasiques qui se rapprochent d'un liquide non-Newtonien. En général, ils font parties des suspensions concentrées qui présentent effectivement un seuil de cisaillement, au-delà duquel la contrainte augmente avec la déformation.

Plusieurs recherches ont démontré que le comportement rhéologique des matériaux cimentaires à l'état frais est analogue à celui des fluides Binghamiens (Ferraris et De Larrard 1998) (Hu *et al.* 1995). La courbe d'écoulement d'un matériau Binghamien est une droite dont l'équation à la forme suivante:

$$\tau = \tau_o + \mu \dot{\gamma} \quad (Eq 1. 11)$$

où :

τ (Pa) est la contrainte de cisaillement;

τ_o (Pa) est le seuil de cisaillement ;

μ (Pa.s) est la viscosité plastique ;

$\dot{\gamma}$ (1/s) est le taux de cisaillement.

Les matériaux Binghamiens ne peuvent s'écouler tant que la contrainte de cisaillement n'est pas supérieure à la contrainte minimale d'écoulement, soit le *seuil de cisaillement*. Une fois le mouvement amorcé, la force requise pour déformer le béton est directement proportionnelle au taux de cisaillement appliqué, ce taux étant relié à la *viscosité plastique* du matériau.

Selon Ferraris et De Larrard (Ferraris et De Larrard 1998) (De Larrard *et al.* 1998), la relation entre τ_0 et $\dot{\gamma}$ n'est pas linéaire dans le cas des bétons très fluides (par exemple pour les bétons autoplaçants) (Figure 1- 7c). Toutefois, comme ces chercheurs le soulignent, le modèle Binghamien semble s'appliquer assez bien dans le cas des bétons ordinaires (Figure 1- 7a) et des bétons à haute performance (Figure 1- 7b). Ce modèle peut alors être considéré en première approximation.

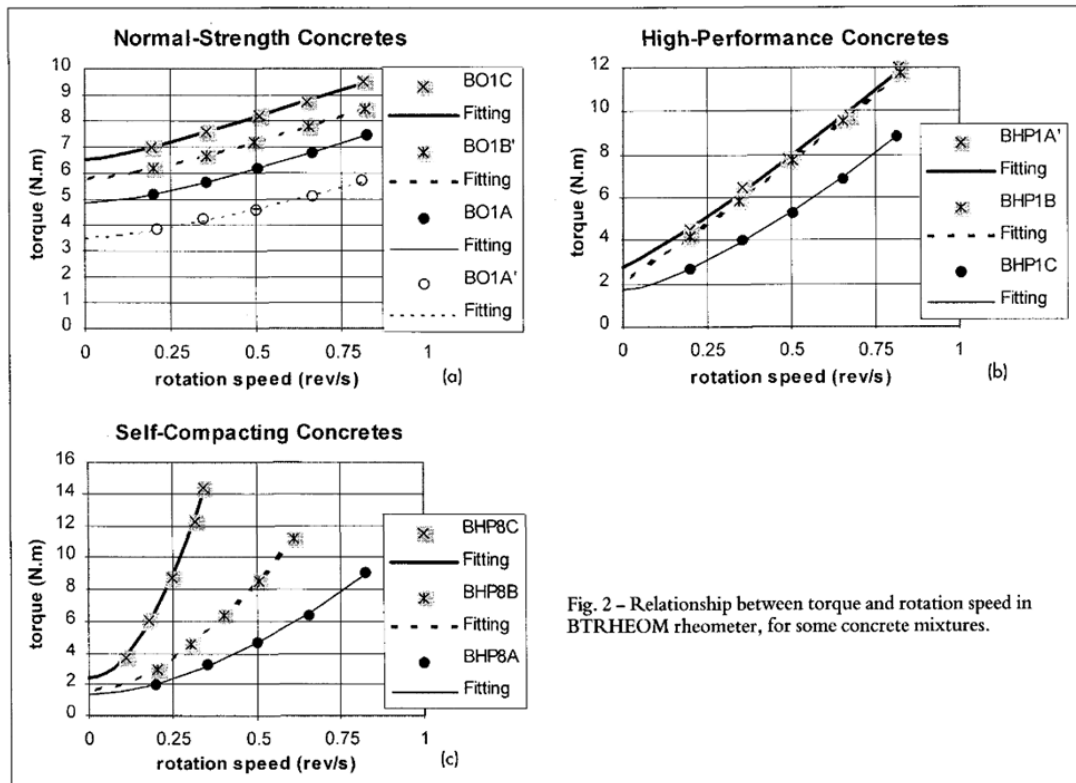


Fig. 2 – Relationship between torque and rotation speed in BTRHEOM rheometer, for some concrete mixtures.

Figure 1- 7 : Comportement rhéologique de différents types de béton [D'après C. Ferraris, De Larrard, F., 1998] : (a) béton ordinaire (b) bétons à haute performance (c) béton autoplaçant

Comme pour les bétons auto-plaçant, les coulis cimentaires présentent dans la plupart des cas un comportement non-linéaire. Le modèle d'Herschel-Bulkley, qui est un modèle plus général que celui de Bingham, permet une meilleure description en tenant compte de manière satisfaisante de la non linéarité du comportement rhéologique de ces matériaux (Atzeni *et al.* 1985) (Papo 1988) (Cyr 1999) (Yahia et Khayat 2003), (Nguyen 2007). Le modèle d'Herschel-Bulkley est caractérisé par trois paramètres : le seuil d'écoulement τ_0 , la consistance K et un exposant n appelé indice de fluidité (éq. 1-12). Ce modèle est en effet une combinaison du modèle de Bingham pour lequel $n = 1$ et du modèle d'Ostwald pour lequel $\tau_0 = 0$. Il a été utilisé dans de nombreuses études (Schwartzentruber *et al.* 2006) (Roussel *et al.* 2005). Lorsque $n < 1$, le modèle de Herschel-Bulkley décrit un comportement viscoplastique

rhéo-fluidifiant. Dans le cas contraire ($n > 1$), il décrit un comportement viscoplastique rhéo-épaississant (Figure 1- 8). Ce modèle a pour expression :

$$\begin{cases} \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \tau \leq \tau_0 \\ \tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n & \text{si } \tau > \tau_0 \end{cases} \quad (Eq 1. 12)$$

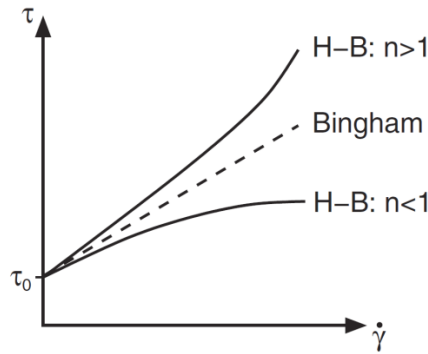


Figure 1- 8 : Courbe d'écoulement pour les fluides de Herschel-Bulkley et Bingham

D'autres expressions mathématiques ont été proposées dans la littérature pour décrire la non linéarité entre les évolutions des contraintes et des taux de cisaillement avec plus ou moins de succès (Tableau 1- 1).

Modèle	Expression
Bingham modifié	$\tau = \tau_0 + \mu\dot{\gamma} + c\dot{\gamma}^2$
Ostwald	$\tau = k\dot{\gamma}^n$
Casson	$\tau = \tau_0 + \mu_\infty\dot{\gamma} + 2\sqrt{\tau_0\mu_\infty\dot{\gamma}}$
De Kee	$\tau = \tau_0 + \mu\dot{\gamma}e^{-\alpha\dot{\gamma}}$
Yahia	$\tau = \tau_0 + 2\sqrt{\tau_0\mu\dot{\gamma}e^{-\alpha\dot{\gamma}}}$

Tableau 1- 1 : Les modèles de comportement rhéologique pour les matériaux cimentaires

[D'après (Yahia et Khayat 2001)]

1.2.3.1. Rhéométrie

Les rhéomètres sont des appareils utilisés pour déterminer le comportement rhéologique des matériaux. On divise généralement les rhéomètres en trois grandes classes :

- Rhéomètres à régime permanent (type Couette, type Poiseuille) qui permettent de déterminer les caractéristiques en écoulement des substances liquides.
- Rhéomètres à régime transitoire qui permettent de déterminer les caractéristiques viscoélastiques des substances liquides ainsi que des solides.

- Rhéomètres à régime dynamique (sinusoïdal) qui permettent de déterminer de manière très complète les caractéristiques rhéologiques, y compris des propriétés en régime d'écoulement et des propriétés viscoélastiques de matériaux liquides ou solides.

Parmi ces différents types d'appareils, les rhéomètres à régime permanent de type Couette (cisaillement de la substance entre deux surfaces solides, l'une au repos, l'autre mobile) restent les plus utilisés. Ils fonctionnent en contrainte, déformation ou vitesse imposée, et les systèmes de mesure existent en différentes géométries. Le choix de la géométrie dépend des caractéristiques des particules dans la suspension, essentiellement de la taille des plus grosses entres elles et des gammes de taux de cisaillement à appliquer. Ces dernières sont en fonction de la technique de mise en œuvre à utiliser.

1.2.3.2. Rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux (type Couette)

Les rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux sont les appareils les plus souvent utilisés pour la caractérisation rhéologique des coulis cimentaires (Curcio et DeAngelis 1998) (Roussel et Le Roy 2005), (Phan *et al.* 2006).

Le principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux consiste à cisailier un échantillon du fluide étudié entre deux cylindres coaxiaux de rayon R_1 et R_2 et de même hauteur H dont un cylindre est fixe et l'autre est en mouvement de rotation avec une vitesse angulaire Ω constante sous l'effet d'un couple de rotation constant correspondant M .

La Figure 1- 9 représente schématiquement le principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux fonctionnant dans le cas où le cylindre intérieur est en mouvement de rotation pendant que le cylindre extérieur demeure fixe. Les grandeurs utilisées dans l'établissement des relations analytiques sont aussi représentées sur cette figure.

Dans la thèse de Nguyen (Nguyen 2007), il a décrit que, lors du cisaillement en régime d'écoulement laminaire, le fluide se décompose en différentes couches cylindriques concentriques de même hauteur H qui tournent relativement les unes sur les autres. La vitesse d'écoulement et la contrainte de cisaillement en un point quelconque sont perpendiculaires à l'axe de révolution et tangentes à la surface cylindrique contenant ce point. Elles sont constantes dans toute la surface cylindrique, dépendant de la seule distance radiale r dans le cas du fluide incompressible. On peut donc en déduire le couple de rotation M_r par rapport à l'axe de révolution qui résulte de la contrainte de cisaillement τ_r sur une surface cylindrique de rayon r :

$$M_r = 2\pi r^2 H \tau_r \quad (Eq 1. 13)$$

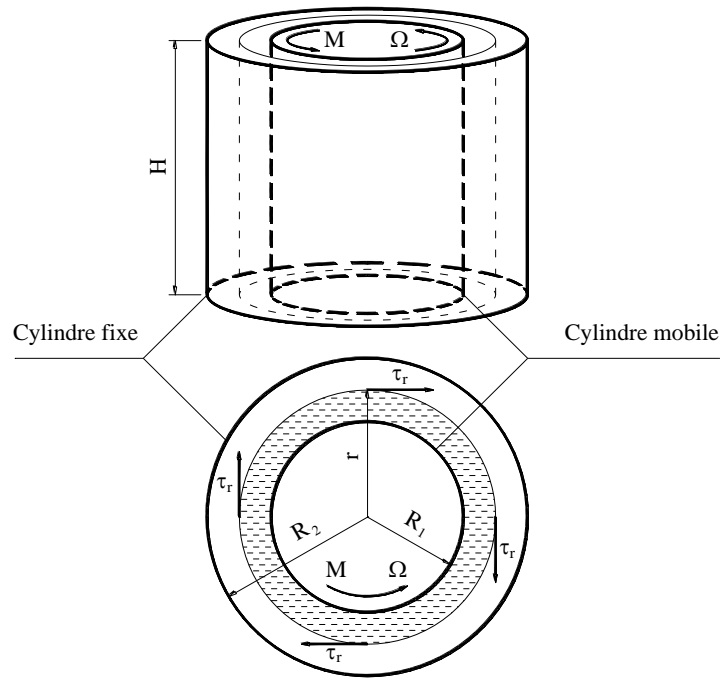


Figure 1- 9: Représentation schématique du principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux [D'après (Nguyen 2007)].

Pour la couche de fluide comprise entre cette surface cylindrique de rayon r et le cylindre intérieur mobile (Figure 1- 10), le couple de rotation M_r qui s'exerce sur cette couche est en sens inverse du couple de rotation M communiqué au cylindre intérieur mobile. Lorsque le régime d'écoulement permanent est atteint, ces deux couples M_r et M doivent être égaux. On peut donc en déduire la contrainte de cisaillement τ_r sur une surface cylindrique de rayon r qui peut s'exprimer sous la forme suivante :

$$\tau_r = \frac{M}{2\pi r^2 H} \quad (\text{Eq 1. 14})$$

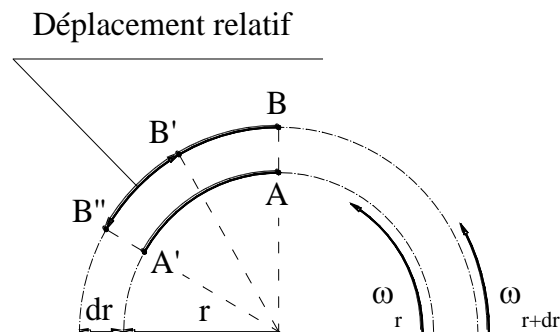


Figure 1- 10: Représentation schématique du glissement relatif entre deux surfaces cylindriques dans les rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux [D'après (Nguyen 2007)].

Pour déterminer la vitesse de cisaillement dans le cas présent où le cisaillement n'est pas plan, on considère maintenant, sur la Figure 1- 10, une couche de fluide d'épaisseur infinitésimale dr comprise entre deux surfaces cylindriques infiniment voisines de rayon r et $r+dr$ qui sont respectivement animées des vitesses angulaires de rotation ω_r et $\omega_r+dr = \omega_r+d\omega_r$. À un instant t quelconque, considérons deux particules et du fluide situées sur ces deux surfaces cylindriques occupant respectivement deux positions \tilde{A} et \tilde{B} qui se trouvent sur même rayon.

Après un intervalle de temps infinitésimal dt , ces deux particules du fluide occupent les nouvelles positions A' et B' qui ne se trouvent plus sur le même rayon mais sur deux rayons différents lors de l'écoulement de cisaillement. On désigne par B'' un point obtenu en prolongeant le rayon passant par A' jusqu'à la surface cylindrique de rayon $r+dr$. Ce point représente la position qu'aurait la particule \tilde{B} lors d'un écoulement sans déformation. Il doit être considéré comme un repère en vue de la détermination du déplacement relatif de la particule \tilde{B} par rapport à la particule \tilde{A} . Ce dernier, représenté donc par l'arc $B''B'$, représente également le déplacement relatif dUr de la surface cylindrique de rayon $r+dr$ par rapport à la surface cylindrique de rayon r . En négligeant les termes mineurs, on peut exprimer ce déplacement relatif dUr sous la forme suivante :

$$dUr = B''B' = r d\omega_r dt \quad (Eq 1. 15)$$

Comme le cylindre intérieur est mobile et le cylindre extérieur demeure fixe, la vitesse angulaire de rotation doit être une fonction décroissante de la distance radiale r . Compte tenu de ceci, on peut déduire de l'équation dessus la vitesse de cisaillement sur la surface cylindrique de rayon r , qui a l'expression suivante ci-dessous :

$$\dot{\gamma}_r = -r \frac{d\omega_r}{dr} \quad (Eq 1. 16)$$

Dans la suite de ce travail nous utiliserons que ce type de géométrie compte tenu qu'on s'intéresse qu'au comportement rhéologique de coulis cimentaires où la taille maximale des particules est de l'ordre $100 \mu m$. Il est à noter l'existence d'autres géométries non décrite ici (Macosko 1994).

1.3.Facteurs influençant la rhéologie des matériaux cimentaires

Le changement dans les paramètres de formulation d'un matériau cimentaire à une grande influence sur les paramètres rhéologiques. Parmi les facteurs les plus influençant on peut citer :

- L'eau et le rapport eau-ciment.
- Les caractéristiques chimiques et physiques du ciment.
- La présence d'additions minérales.
- Les adjuvants.
- La proportion de chacun des constituants dans le mélange.
- Le temps écoulé depuis le contact eau-ciment (histoire du coulis).
- La vibration ou mise en œuvre particulière.

1.3.1. Influence du rapport E /C

Le rapport eau/ciment (E/C) est certainement le paramètre le plus influant. En général, l'augmentation du rapport E/C diminue le seuil de cisaillement et la viscosité plastique. De nombreux travaux ont été réalisés sur l'effet du rapport E/C sur ces paramètres rhéologiques (Yeoh 1982, Tattersall et Banfill 1983, Tattersall 1991, Mork 1994, Mørtzell 1996, Geiker *et al.* 2002, Wallevik et Wallevik 2004).

Lorsque la quantité d'eau dans un coulis cimentaire augmente, la fraction volumique solide diminue et la distance entre les particules de ciment est augmentée. Comme la distance entre les particules augmente, la possibilité pour le processus de coagulation (floculation) diminue, c'est-à-dire, que la probabilité de créer des jonctions entre les particules diminue. Ceci entraîne une réduction significative de la viscosité et le seuil de cisaillement du coulis.

Plusieurs études ont confirmé que les coulis cimentaires non adjuvés présentent un comportement rhéo-fluidifiant qui peut être décrit de manière très satisfaisante par le modèle de Herschel-Bulkley (Figure 1- 11 et Figure 1- 12). Pour ces coulis le seuil d'écoulement τ_0 et la viscosité μ augmentent exponentiellement en fonction de la concentration volumique en ciment.

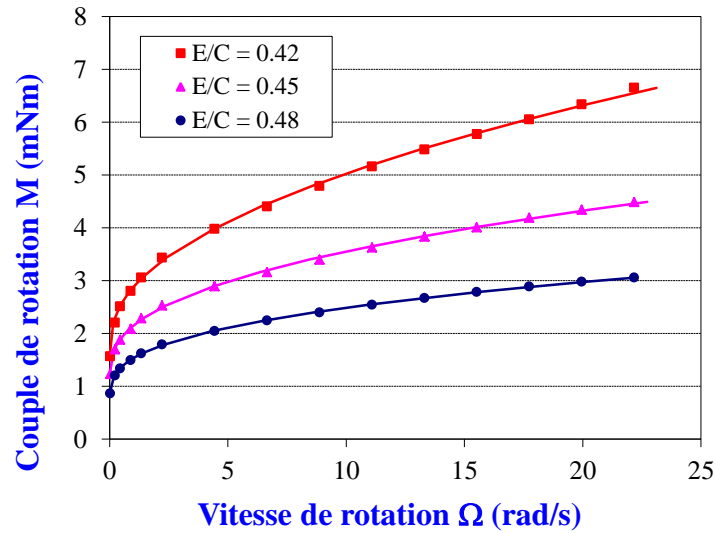


Figure 1- 11 : Variation du couple de rotation M en fonction de la vitesse de rotation Ω pour certains coulis cimentaires non adjuvants [D'après (Nguyen 2007)].

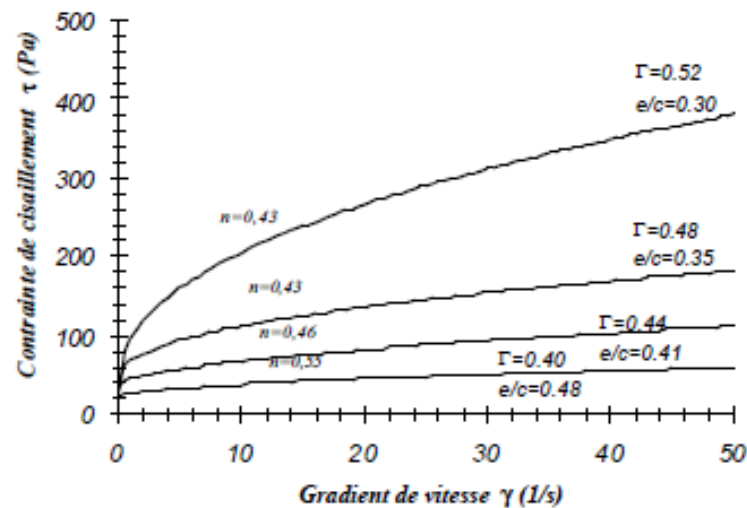


Figure 1- 12 : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires non adjuvants [D'après (Cyr 1999)]

1.3.2. Influence des adjuvants (organiques)

Les adjuvants organiques sont utilisés avec des pourcentages faibles pour améliorer le comportement global des matériaux cimentaires. Il existe plusieurs types d'adjuvants qui sont classés selon leurs modes d'action principale. On peut citer, entre autres, les modificateurs des propriétés rhéologiques comme les superplastifiants (réducteur d'eau), entraîneurs d'air, agents de viscosité ou des propriétés chimiques comme les accélérateurs et les retardateurs de prise.

La Figure 1- 13 présente une schématisation de l'effet des principaux types d'adjuvant dans un matériau cimentaire proposé par Beaupré.

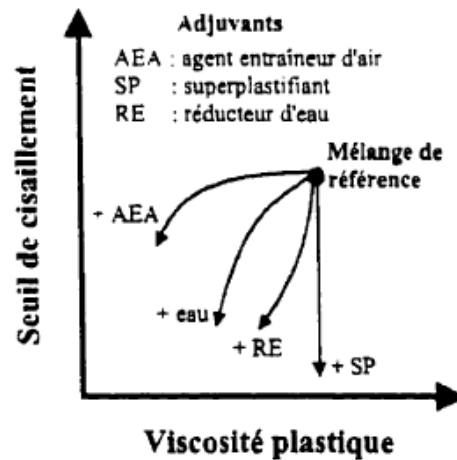


Figure 1- 13 : Effet d'une addition d'eau ou de différents adjuvants sur la rhéologie [D'après (Beaupré 1994)]

Dans cette représentation, l'utilisation d'un adjuvant de type superplastifiant en quantité suffisante et croissante produit une diminution du seuil de cisaillement sans affecter la viscosité plastique.

L'allure des courbes d'écoulement est également transformée par la présence du superplastifiant. Les comportements rhéologiques passent graduellement, lorsqu'on incorpore des doses croissantes de superplastifiant d'un comportement rhéofluidifiant (traduit par une valeur $n < 1$) à un comportement rhéoépaississant ($n > 1$) (Figure 1- 14) (Cyr 1999, Banfill 2011).

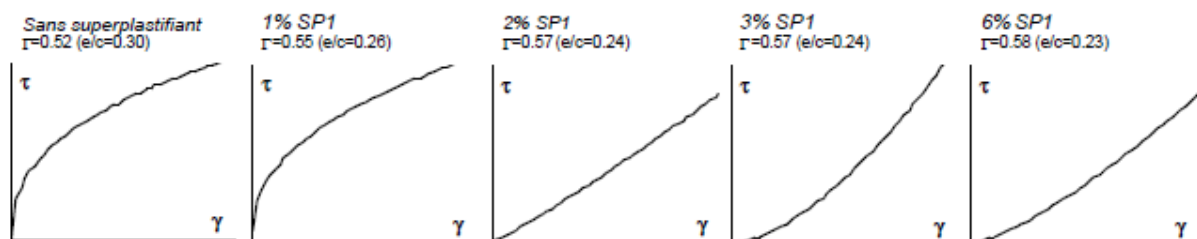


Figure 1- 14 : Effet de la quantité de superplastifiant sur l'allure des courbes d'écoulement et sur le comportement rhéologique des pâtes pures de ciment. [D'après (Cyr 1999)]

L'agent de viscosité est un type d'adjuvant qui est incorporé dans les mélanges cimentaires pour assurer une meilleure cohésion interne et améliorer la déformabilité du mélange. Comme dans le cas des solutions aqueuses, l'incorporation d'un agent de viscosité résulte des

augmentations importantes de la viscosité apparente et du seuil de cisaillement de la pâte de ciment à des taux de cisaillement faibles, même en présence d'un superplastifiant (Khayat 1998) (Figure 1- 15), (Lachemi *et al.* 2004, Leemann et Winnefeld 2007, Nguyen *et al.* 2011).

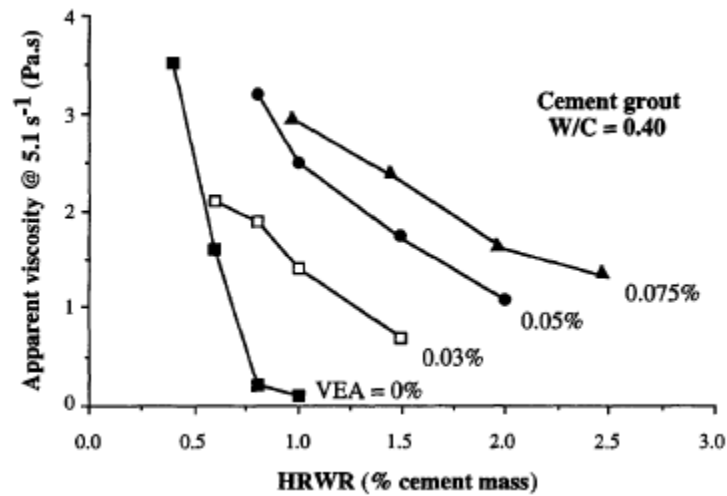


Figure 1- 15 : Variations de viscosité apparente à un taux de cisaillement faible pour les coulis adjuvés avec différents dosage en agent de viscosité (VEA) en fonction du dosage en superplastifiant (HRWR) [D'après (Khayat 1998)]

Un adjuvant entraîneur d'air modifie essentiellement la viscosité mais également le seuil d'écoulement. En effet, selon Tattersall (Tattersall 1991) l'utilisation d'une teneur en air de 5% permet de réduire la viscosité plastique de 70% tandis que le seuil de cisaillement est réduit seulement de 30%. Pour des teneurs en air supérieures à 5%, il n'y a plus de réduction de la viscosité plastique tandis que le seuil de cisaillement continue à diminuer légèrement. Dans cette étude nous utiliserons par la suite un superplastifiant et un agent de viscosité pour contrôler les propriétés rhéologiques de nos coulis cimentaires.

1.3.3. Influence des additions minérales

Cyr (Cyr 1999) a montré que l'utilisation des fines d'origine minérale dans les coulis cimentaires non adjuvés n'entraîne pas de modification du comportement rhéologique des mélanges, qui demeurent rhéofluidifiants (Figure 1- 16a) c'est à dire l'indice de fluidité n reste toujours inférieur à l'unité dans la gamme des taux de cisaillement étudiés. Par contre, dans les mêmes conditions de cisaillement des modifications importantes sont observées lors de l'utilisation d'adjuvants fluidifiant dans des coulis additionnés des fines minérales. En fonction de la nature de la fine minérale utilisée, on assiste à une amplification (métakaolin, quartz) ou une atténuation (menant même à la disparition dans le cas de la fumée de silice) du comportement rhéoépaississant représenté par le changement de l'indice n (Figure 1- 16b).

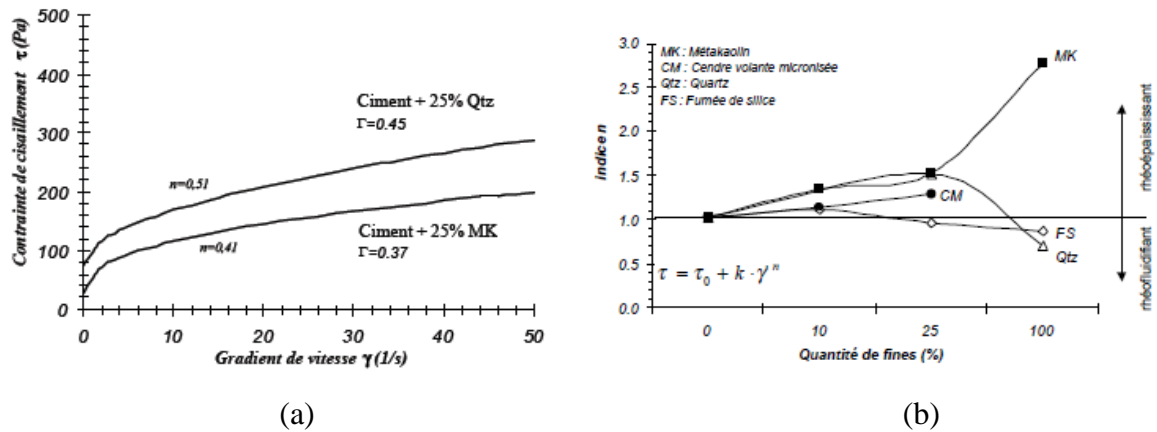


Figure 1- 16: Influence de l'addition minérale sur le comportement des coulis cimentaires (a) sans adjuvant ou (b) adjuvanté avec superplastifiant [D'après (Cyr 1999)]

1.4.Stabilité des coulis cimentaires : problème de ségrégation

Les matériaux cimentaires à l'état frais sont considérés comme des suspensions des grains solides dans une phase aqueuse. Sous certaines conditions, les grains solides peuvent ne pas être stabilisés dans la suspension et précipiter de manière plus ou moins importante engendrant ainsi le phénomène de ségrégation. Ce phénomène apparaît plus facilement lorsque la fraction de la phase liquide est plutôt importante et/ou la viscosité ou le seuil de cisaillement de la suspension sont faibles. Le phénomène de ségrégation des matériaux cimentaires peut apparaître pendant la phase de repos sous l'effet de la gravité (la ségrégation statique) ou pendant sa mise en place (la ségrégation dynamique).

Cependant la ségrégation des coulis cimentaires peut être fortement préjudiciable dans certaines applications telles que le remplissage de gaines de câbles de précontrainte ou lors des procédés d'injection des sols ou des structures fissurées (Woodward et Miller 1990, Dano et Derache 2001, Minh *et al.* 2007, Shiotani *et al.* 2009).

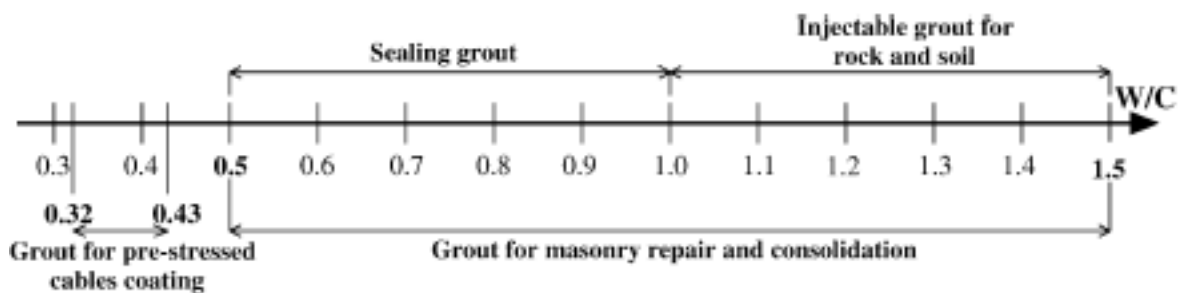


Figure 1- 17 : Schéma récapitulatif des différents domaines d'application de coulis de ciment en fonction du rapport massique eau/ciment [D'après (Rosquoët *et al.* 2003)]

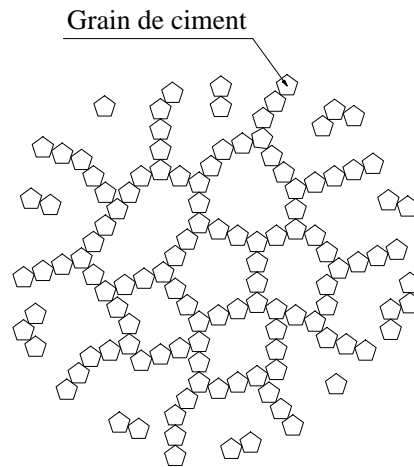
La Figure 1- 17 donne une indication sur la proportion de l'eau par rapport au ciment dans des coulis cimentaires en fonction du domaine d'application. Pour des applications de remplissage des gaines de câbles précontraint le rapport varie de 0,32 à 0,43 tandis que pour des coulis utilisés en maçonnerie pour réparation ou consolidation il varie de 0,50 à 1,5.

1.4.1. La structure floculée et instabilité des coulis cimentaires

Les coulis cimentaires peuvent être considérés comme une suspension de particules (ciment ou autres additions minérales inertes ou réactives) dans un liquide (eau avec ou sans adjuvant). Ils doivent présenter une bonne stabilité et de bonnes propriétés d'ouvrabilité (rhéologiques). Juste après malaxage, le coulis cimentaire est en période dite dormante relative à ce qu'aucune réaction chimique n'est active. Les forces à considérer au niveau de la suspension exercées entre les particules et le fluide suspendant dépendent de la taille des particules. Pour les particules colloïdales (diamètre de l'ordre du micron) les effets de la gravité sont négligeables. Dans ce cas les particules sont maintenues en suspension par le mouvement Brownien. Ce dernier conduit à des collisions entre particules ce qui peut amener à la formation des floccs qui contribuent à ce qu'aucune séparation de phase rapide ne se produit par sédimentation. Pour les particules non colloïdales la force de gravité peut entraîner une sédimentation. Cette dernière peut être limitée en ajustant la densité des particules à celles du milieu dispersant ou tout simplement en augmentant la viscosité du liquide. Dans le cas où la suspension est mise sous écoulement (force hydrodynamique) les particules non colloïdales peuvent migrer et donc créer une nouvelle distribution ce qui peut provoquer une sédimentation sous certaines conditions (Pierre Gelade *et al.* 2002, Nguyen 2007).

La taille des grains de ciment se situe plutôt dans une gamme supérieure ($\sim 10\mu\text{m}$) et auront donc tendance à sédimenter plus rapidement sous l'effet de la gravité. Pour contrecarrer les forces de gravité il est important d'optimiser à la fois le rayon des particules mais également leur concentration en solution de telle sorte à former un réseau capable de résister au poids. Le contrôle des forces inter-particulaires permet d'obtenir des suspensions de particules dans des états dispersés, faiblement ou fortement floculés. La formation d'une structure floculée permet d'éviter la sédimentation de particules non Browniennes mais entraîne aussi une forte modification des propriétés rhéologiques (Lootens 2004). Cette structure est stable si les forces cohésives entre les particules sont comparables à la force de gravité qui s'exerce sur elles (taille des particules inférieure à $100\mu\text{m}$). De nombreuses études dans la littérature (Legrand *et al.* 1982, Khayat *et al.* 2002) ont montré que le bilan de ces interactions confèrent aux coulis cimentaires une structure stable floculée dans laquelle les

particules cimentaires sont attirées les unes par les autres pour former des floccs jointifs, représentés schématiquement sur la Figure 1- 18.



*Figure 1- 18 : Représentation schématique de la structure floculée des coulis cimentaires
[D'après (Khayat et al. 2002)]*

Grâce à l'état floculé de la suspension de coulis cimentaire, les grains forment un réseau tridimensionnel résistant à la sédimentation. Dans ce cas-là, les interactions interparticulaires sont fortement attractives et les particules sont floculées, les mouvements interparticulaires sont limités. La consolidation du squelette granulaire est possible. Une couche d'eau claire peut apparaître si la consolidation des particules est suffisamment importante (Figure 1- 19b)

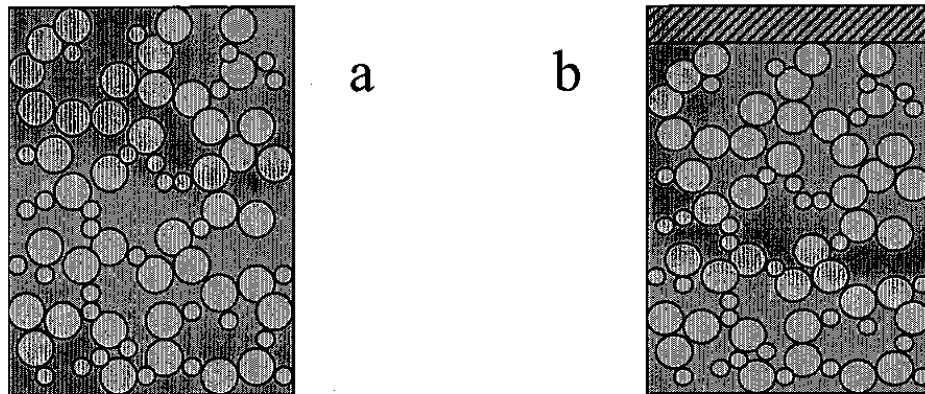


Figure 1- 19 : Suspension floculée et phénomène de consolidation : a) état initiale de la suspension ; b) état final avec ressuage [D'après (Gelade 2001)]

Il est donc indispensable de contrôler les interactions de surface pour avoir les bonnes propriétés de dispersion (vis à vis de la sédimentation) et d'écoulement (d'un point de vue rhéologique). C'est le rôle des adjuvants organiques qui permettent de contrôler les forces interparticulaires répulsives (effet stérique, ou électrostatique) ou attractives (van der Waals,

hydrophobe). En effet, sous certaines conditions (par exemple la concentration en superplastifiant est très importante), les interactions attractives entre les particules sont affaiblies et elles sont insuffisantes pour empêcher l'effondrement de la structure. On parle alors du changement de degré de floculation (défloculation) du essentiellement à l'adsorption de ces polymères à l'interface solide-liquide (Taylor 1997) (Daimon et Roy 1978, Nägele 1985, Pierre *et al.* 1989). Ce phénomène permet des mouvements interparticulaires plus importants et une ségrégation entre grosses et petites particules est possible (Figure 1- 20b).

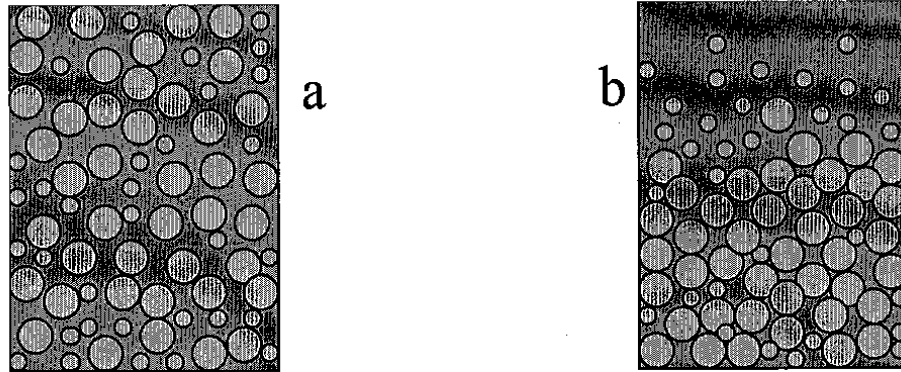


Figure 1- 20 : Suspension défloculée et phénomène de sédimentation : a) état initial de la suspension ; b) état final [D'après (Gelade 2001)]

L'origine de ce phénomène est aussi démontrée dans les études de Yang et Neubauer (Yang *et al.* 1997, Neubauer *et al.* 1998) en appliquant la théorie proposée dans les années 40 par les couples Deryaguin-Landau et Vervy-Overbeck (DLVO) - une théorie fondamentale en science des colloïdes.

1.4.2. Méthodes de caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires

La sédimentation peut se produire dans toutes les suspensions, dont les coulis cimentaires, et provoque l'inhomogénéité de celles-ci qui se traduit par un gradient vertical de la concentration en solide dont les couches inférieures qui sont plus denses et donc plus visqueuses que les couches supérieures.

1.4.2.1. Ségrégation statique

Pour caractériser la ségrégation des coulis cimentaires, la plupart des méthodes actuelles d'évaluation sont basées sur le suivi de la sédimentation statique du coulis. De nombreuses techniques expérimentales sont disponibles pour suivre la sédimentation des coulis et peuvent être divisées en trois catégories (Y. Peng 2014).

La **première catégorie** comprend des méthodes plus directes telles que le suivi de la variation des densités (ou des fractions volumiques solides) en fonction du temps et de la hauteur. Dans cette technique la variation des fractions volumiques permet de déterminer si le coulis est resté stable, s'il y a eu sédimentation voir une même une consolidation. Pour cela il suffit de remplir un tube par un coulis et laisser se produire la sédimentation et la prise. Ensuite, en coupant des tronçons bien réguliers et en mesurant les dimensions de ces tronçons, il est possible de déterminer le volume et d'obtenir alors, la masse volumique, ρ , du coulis. Cette technique est extrêmement simple et ne nécessite aucun équipement particulier. Il est également possible de déterminer la fraction solide du coulis à l'état frais en utilisant des mesures de masse volumique des échantillons de coulis prélevés à l'aide d'une pipette, comme le montre la Figure 1- 21.

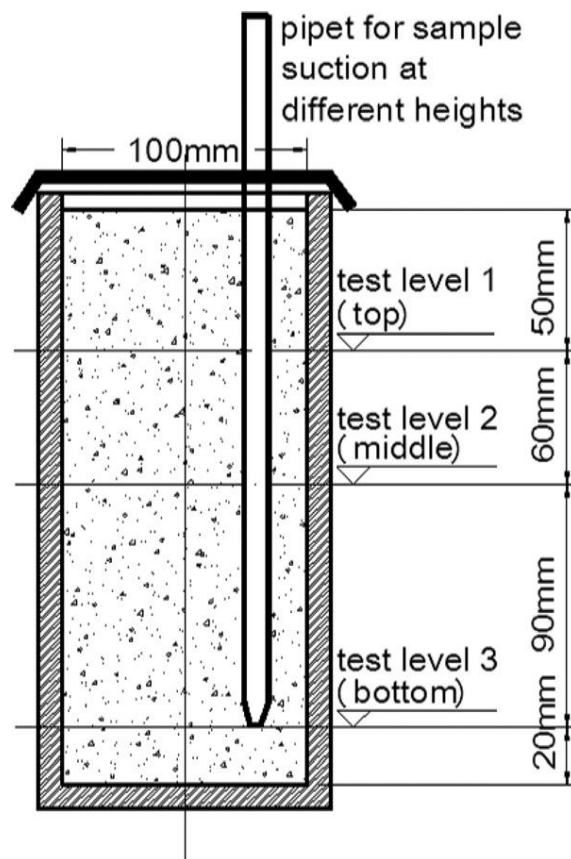


Figure 1- 21 : Configuration de mesure de fraction solide du coulis [D'après (Y. Peng 2014)]

Une autre technique assez simple qui est également utilisée, appelée la *mesure par pesée hydrostatique*, qui consiste à mesurer à l'aide d'une balance l'évolution du poids apparent d'une plaque prolongée dans un coulis sur une certaine profondeur (Figure 1- 22).

Ces techniques sont assez rudimentaires, mais peuvent représenter d'excellents outils de contrôle de l'homogénéité du coulis sur chantier.

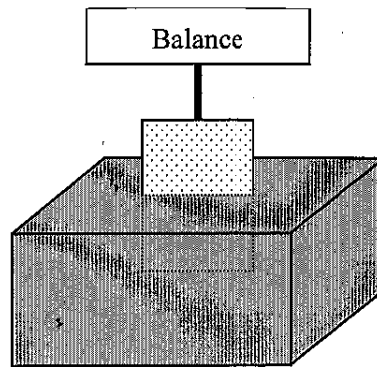


Figure 1- 22 : Mesure de la masse apparente d'une plaque prolongée dans un coulis

La **deuxième catégorie** consiste à étudier les propriétés physiques, y compris les propriétés électriques comme la conductivité électrique et les mesures de pression hydrostatique (Hydro Static Pressure Test HYSPT). Cette dernière est la plus utilisée. Cette méthode a été développée par Radocea (Radocea 1992) dont le programme expérimental consiste à effectuer des mesures des variations de la pression de l'eau au cours de la sédimentation dans des mélanges avec de plus faible concentration de particules de ciment (Figure 1- 23).

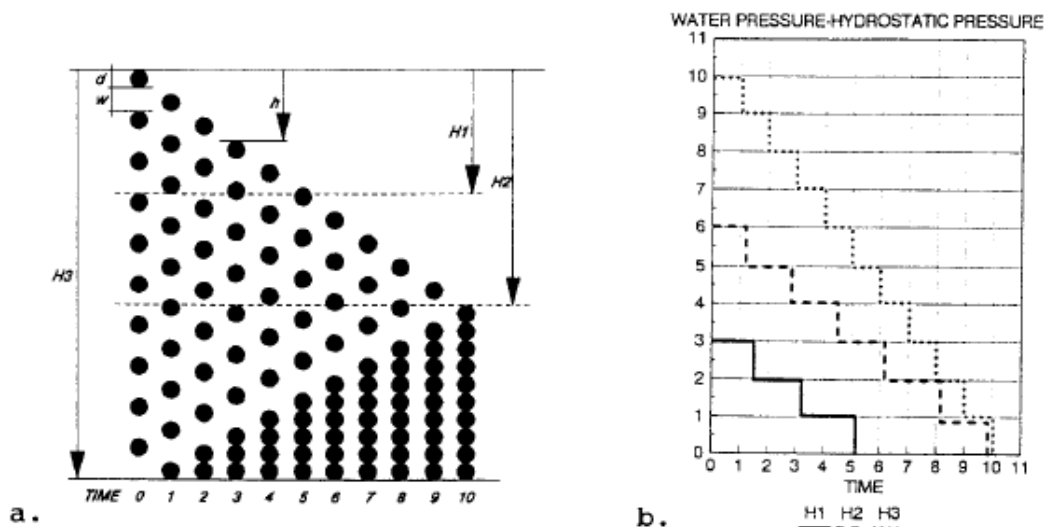


Figure 1- 23 : Modèle conceptuel pour la sédimentation des coulis cimentaires, méthode HYSPT [D'après (Radocea 1992)] (a) sédimentation des particules de mono-taille (b) changement de la pression hydrostatique

Récemment Peng et al, (2014) ont utilisé un dispositif représenté dans la Figure 1- 24 pour mesurer l'évolution spatiotemporelle de la pression. Deux positions fixes ont été définies : la hauteur au fond ($h_b = 200$ mm) et la mi-hauteur ($h_m = 110$ mm). Les capteurs de pression peuvent mesurer la pression avec une précision de 0,75 Pa.

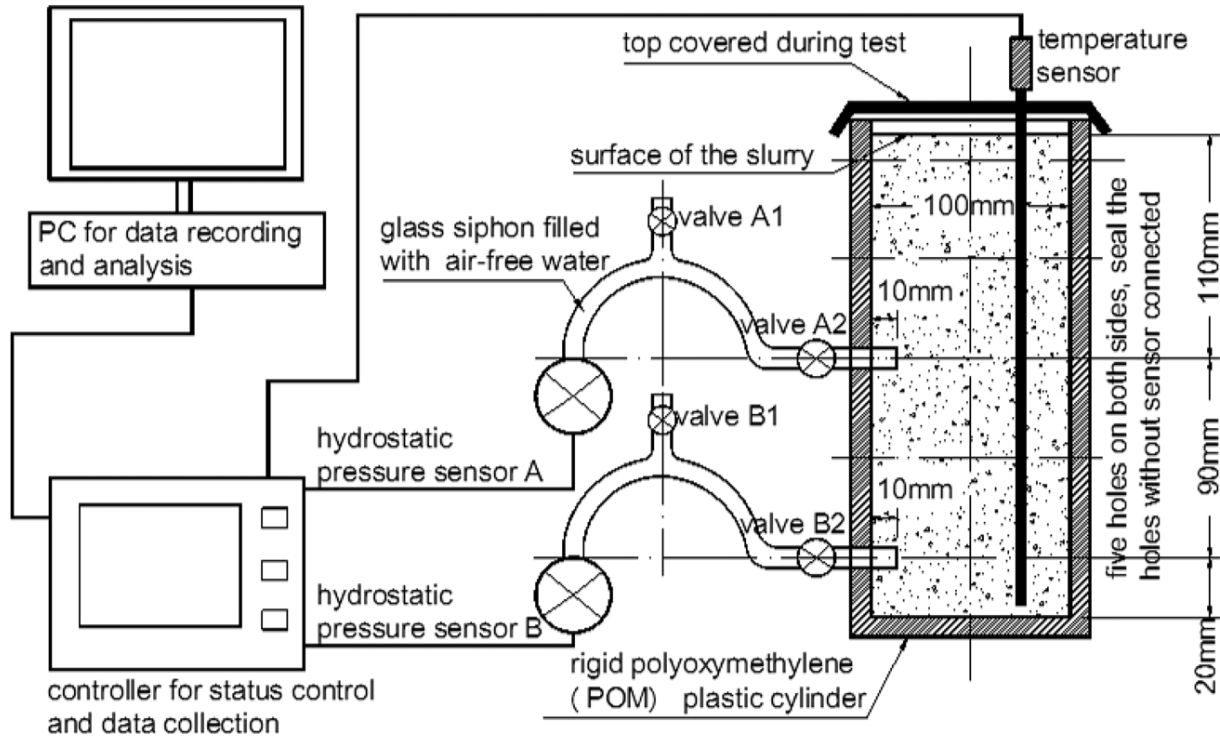


Figure 1- 24 : Configuration HYSPT pour la mesure de la sédimentation [D'après (Y. Peng 2014)]

Les résultats obtenus par ces techniques (mesure de la densité et de la pression hydrostatique) sont indépendants de la taille des particules et de la fraction volumique solide (Williams *et al.* 1990) contrairement aux techniques de la catégorie suivante.

La troisième catégorie regroupe les essais utilisant des moyens technologiques permettant d'effectuer des mesures de rayonnement X ou gamma, voir également la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN). Rosquoet *et al.* (Rosquoët *et al.* 2003) ont étudié expérimentalement la sédimentation des coulis cimentaires pendant environ 7 h en utilisant gamma-densitomètre (Figure 1- 25a). Ils ont conclu que cette technique donne de bons résultats dans le cas des coulis à faible concentration en particules solides (le rapport E/C entre 0,5 et 1,0) mais elle reste limitée pour les coulis cimentaires concentrés (le rapport E/C entre 0,35 et 0,45). Le même constat a été fait par Benz et ses collègues (Benz et Hansen 2000) lors des mesures d'absorption des rayons X effectuées sur des matériaux cimentaires au jeune âge (3 à 5heures) (Figure 1- 25b).

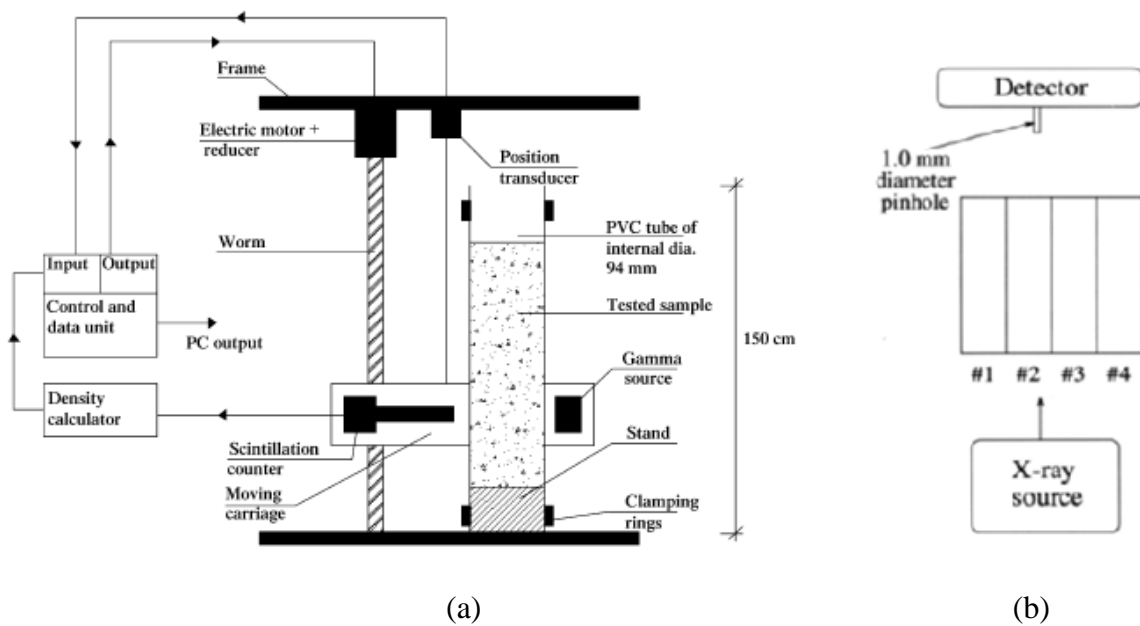


Figure 1- 25 : (a) Schéma du banc γ -densitomètre [D'après (Rosquoët et al. 2003)]

(b) Principe de mesure d'absorption des rayons X [D'après (Bentz et Hansen 2000)]

Mikanovic et Jolicoeur (2008) ont utilisé des mesures de conductivité électrique et d'adsorption des adjuvants pour estimer l'influence des superplastifiants sur les propriétés rhéologiques et la stabilité dynamique des pâtes à base de ciment et du calcaire. Les résultats obtenus sont complexes et difficile à exploiter compte-tenu du fait que l'hydratation du ciment influence la conductivité de la solution en fonction du temps (Mikanovic et Jolicoeur 2008).

1.4.2.2. Ségrégation sous cisaillement

La ségrégation des coulis cimentaires est en générale amplifiée sous l'effet de cisaillement (mouvement des particules). Peu d'études sont consacrées au problème de la ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement et aucune méthode de caractérisation satisfaisante n'a été proposée à notre connaissance.

Dans la littérature, Bhatti et Banfill sont les premiers qui ont étudié la sédimentation des coulis cimentaires sous un cisaillement constant moyennant un viscosimètre. Dans le cadre de leur travail (Bhatti et Banfill 1982), les coulis cimentaires ont été cisailés dans un viscosimètre rotatif à une vitesse constante à 20s^{-1} pendant 40 minutes. La sédimentation du coulis a été déterminée en analysant la concentration volumique des différents échantillons du coulis prélevé à des différents niveaux dans le viscosimètre (Figure 1- 26).

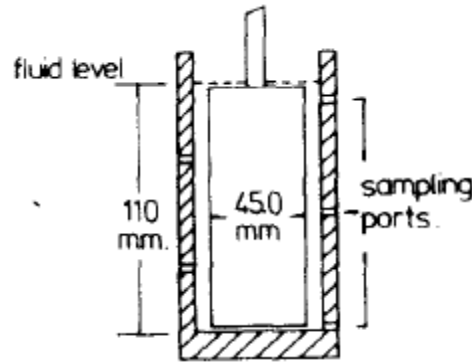


Figure 1- 26 : Schémas de l'essai de sédimentation sous cisaillement proposé par Bhatti et Banfill avec quatre niveaux de prélèvement du coulis dans le viscosimètre cylindres coaxiaux [D'après (Bhatti et Banfill 1982)]

En 2001, Gelade a utilisé des mesures gammadensimétriques pour quantifier la ségrégation sous cisaillement avec la disposition d'un rhéomètre sur le banc gamma à une hauteur précise. Ensuite, des mesures de l'évolution de la fraction volumique apparente en fonction de la durée de cisaillement ont été effectuées (Gelade 2001).

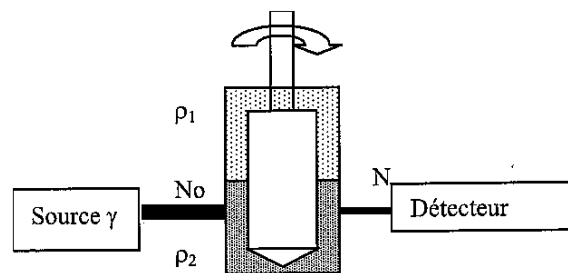


Figure 1- 27 : Schéma de principe de l'étude de sédimentation sous cisaillement par gammadensimétrie [D'après (Gelade 2001)]

Par ailleurs, il existe un protocole spécifique adapté aux mesures rhéométriques de Wallevik qui sert à la vérification d'une éventuelle ségrégation à la fin de la mesure rhéologique (et qui sera présenté de manière plus détaillée dans le chapitre 3) (Wallevik 2009).

1.4.2.3. Facteurs influençant la ségrégation des coulis cimentaires

L'intensité de la sédimentation d'une suspension dépend de nombreux paramètres et elle est d'autant plus importante que la concentration en solide est faible, que la viscosité du liquide est petite, que la différence de masse volumique entre les particules solides et le liquide est élevée, que la taille des particules solides est grande....(Chhabra 2006). Cependant,

dans cette thèse, nous nous sommes intéressés qu'aux facteurs liés au niveau de cisaillement appliqué et à la composition du coulis cimentaires.

Niveau de cisaillement

La sédimentation peut se produire avec une intensité plus importante lors du cisaillement dans les rhéomètres car ce dernier conduit à libérer les particules solides des liaisons interparticulaires, favorisant ainsi la sédimentation. Ceci a été reporté dans la thèse de Gelade (Gelade 2001) qui a constaté, par des mesures gammadensimétriques, que des coulis cimentaires qui restent homogènes au repos, présentent une sédimentation au cours des essais rhéométriques qui est confirmé par l'observation de la formation d'un culot de sédimentation pour un niveau de cisaillement faible. Ce phénomène est également démontré dans l'étude de Jarny *et al* par des mesures de MRI (Magnetic Resonance Imager) (Jarny *et al.* 2008).

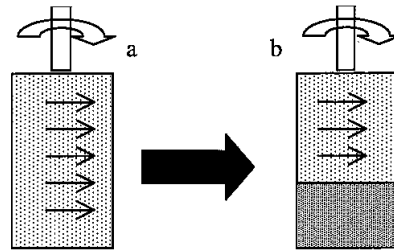


Figure 1- 28 : Essai de Gelade : a) au début de l'essai ; b) après certain temps [D'après (Gelade 2001)]

Il a constaté par ailleurs que le fort taux de cisaillement peut disperser le culot formé à faible cisaillement, qui est représenté par une augmentation moins importante dans la partie au fond du rhéomètre (Figure 1- 29).

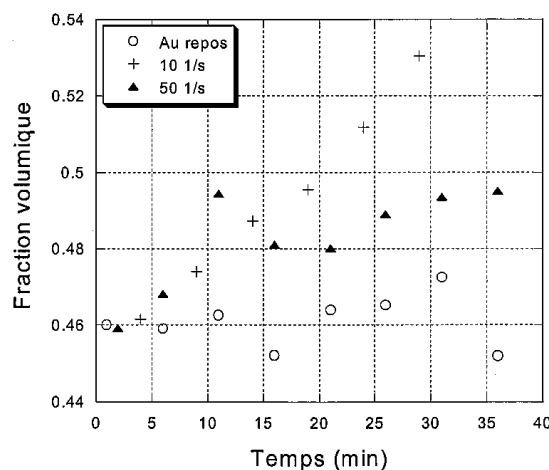


Figure 1- 29 : Expérience de Gélade faite sur un coulis qui reste homogène au repos pour des taux de cisaillement différents [D'après (Gelade 2001)].

En résumé, sous l'effet de cisaillement, des coulis stables au repos, sous certaine condition, voient leur fraction solide varier à cause de cisaillement et ce phénomène dépend du taux de cisaillement imposé.

Composition du coulis

Il est évident que le rapport E/C (ou la concentration volumique solide) influence de manière importante la stabilité du coulis. Pour des rapports E/C trop importants, le coulis cesse d'être homogène. Ce phénomène est bien montré dans les études de Houlsby (Houlsby 1990) et de Perrot *et al* (Perrot *et al.* 2012). En absence du superplastifiant, des coulis cimentaires peuvent devenir instable à faible concentration solide (Figure 1- 30).

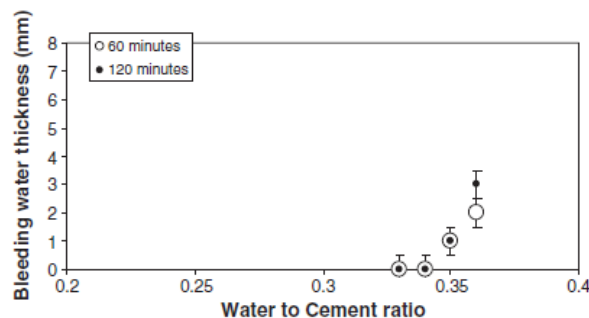


Figure 1- 30 : La ségrégation des coulis sans adjuvant en fonction du rapport E/C. [D'après (Perrot *et al.* 2012)]

Plusieurs études ont confirmé que la sédimentation du coulis cimentaires est d'autant plus importante que la concentration volumique en particule solide est faible, ce qui diminue les interactions attractives entre les particules et qui favorise la défloculation de la structure du coulis. Ces résultats sont présentés dans les travaux de Radocea, Peng et Jacobsen, Perrot *et al* comme les montres les figures de Figure 1- 31 à Figure 1- 33.

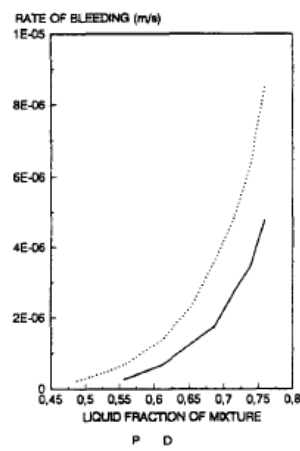


Figure 1- 31 : L'effet de la fraction solide sur la ségrégation du coulis cimentaire avec deux natures de ciment [D'après (Radocea 1992)]

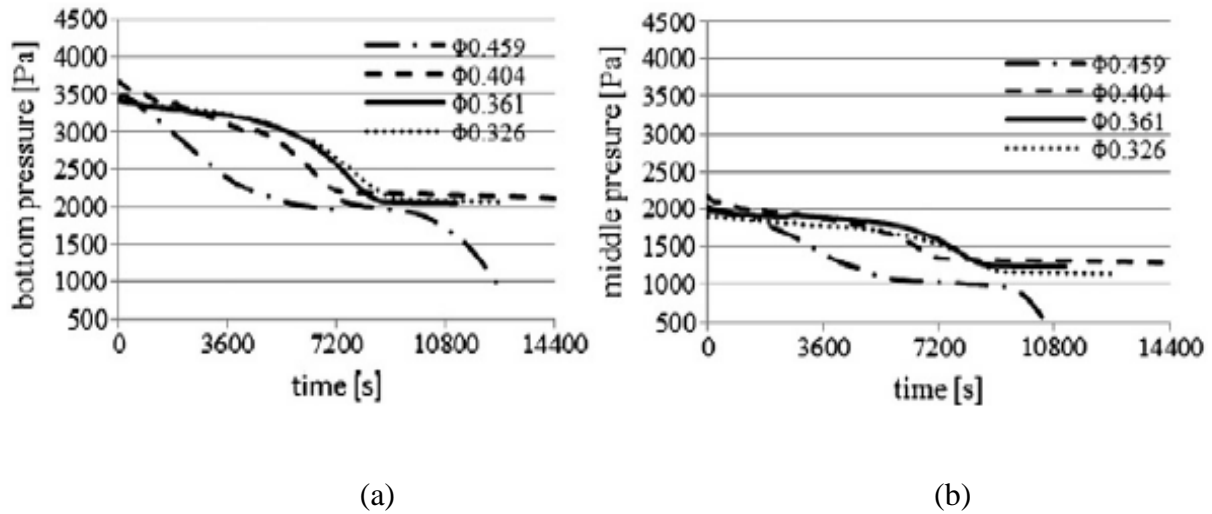


Figure 1- 32 : La ségrégation des coulis cimentaires sans adjuvant en fonction du temps, mesuré par la méthode HYSPT : a) hauteur du fond ;b) à mi-hauteur (voir Figure 1- 24)
[D'après (Peng et Jacobsen 2013)]

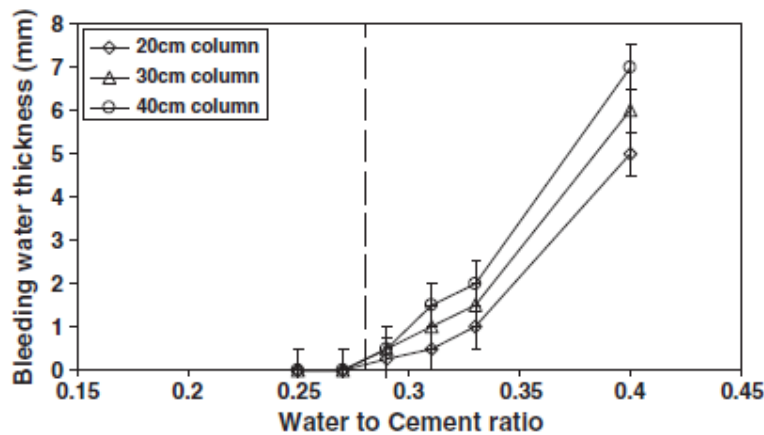


Figure 1- 33 : Evaluation du ressuage en fonction du rapport E/C pour trois hauteurs différents (Perrot et al. 2012)

En ce qui concerne l'influence du rapport E/C sur la ségrégation sous cisaillement, l'étude de Bhatti et Banfill (Bhatti et Banfill 1982) a permis de montrer qu'il existe une limitation de E/C à laquelle aucun gradient de concentration ne serait développé, celles-ci représentent les situations idéales d'un coulis exempt de problèmes de sédimentation sous cisaillement (Figure 1- 34). Ce résultat est bien en accord avec celui de Gelade (Gelade 2001).

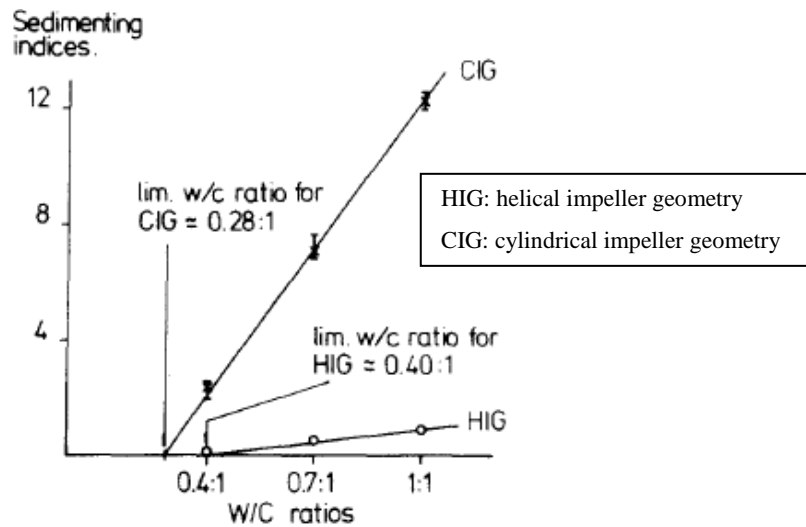


Figure 1- 34 : Effet du rapport E/C sur la sédimentation des coulis cimentaires sous cisaillement pour deux géométries (CIG et HIG) [D'après (Bhatty et Banfill 1982)]

Le dosage en superplastifiant influence fortement sur la stabilité des coulis cimentaires. Quand la concentration en superplastifiant est importante, les interactions attractives sont diminuées et les particules sont défloculées.

Pour chaque coulis, le fait d'augmenter le dosage en superplastifiant entraine une déstabilisation par sédimentation. Cette sédimentation se manifeste physiquement par l'apparition d'un gradient de fraction volumique solide, comme le montre le travail de Gelade (Figure 1- 35).

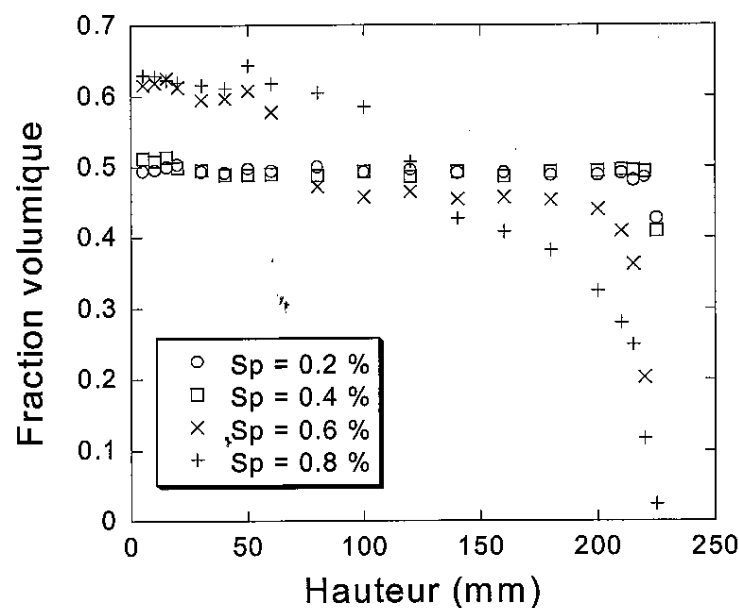


Figure 1- 35 : Profile de fraction solide des coulis. Influence du dosage en superplastifiant. [D'après (Gelade 2001)]

Une étude sur l'influence des adjuvants sur la ségrégation des suspensions de ciment de Neubauer et Yang (Neubauer *et al.* 1998) a permis de confirmer que la ségrégation peut se produire même à très faible dosage en superplastifiant. Par ailleurs, comme le montre la Figure 1- 36, un changement significative dans la structure des sédiments est suggéré entre 3% et 4% de superplastifiant qui indique le changement du potentiel de ségrégation à cause de superplastifiant. Il est aussi intéressant d'observer que, après un certain temps, la sédimentation des coulis n'évolue plus ce qui indique une forme de saturation (consolidation).

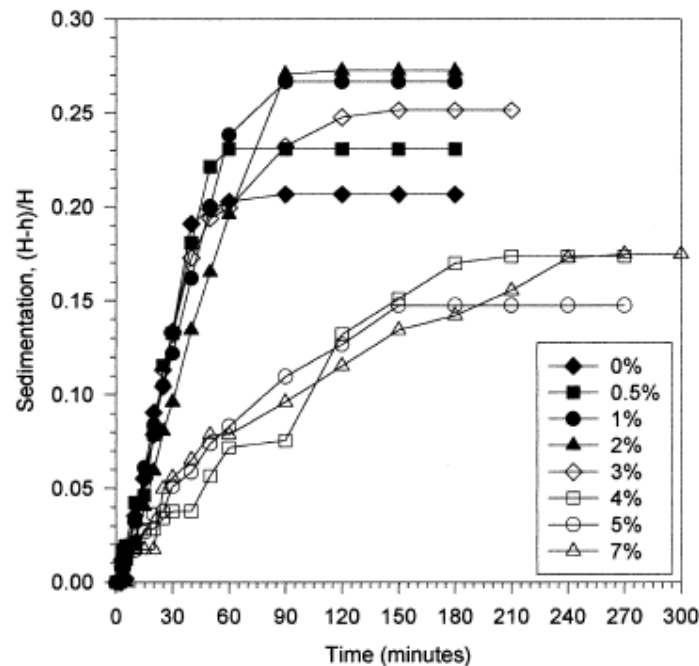


Figure 1- 36 : Sédimentation des coulis avec des différents dosage en superplastifiant
[D'après (Neubauer *et al.* 1998)]

D'autres auteurs sont intéressés à ce problème du dosage en superplastifiant *critique* (Gelade 2001, Perrot *et al.* 2012) et ont proposé des diagrammes qui permettent de définir une limite entre deux zones : une zone où le coulis est ségrégatif et une zone non ségrégatif.

1.5.Conclusion

Dans les paragraphes précédents, nous avons présenté de manière globale les connaissances de base sur la rhéologie des coulis cimentaires et le phénomène de ségrégation. Nous pouvons résumer brièvement ci-après les points les plus importants.

Les coulis cimentaires sont considérés comme des suspensions des grains solides (ciment) dans une phase aqueuse (eau) avec la présence éventuelle de l'addition minérale ou de

l'adjuvant. Chaque changement de la composition du coulis (rapport E/C, dosage en superplastifiant...) entraîne des modifications importantes des propriétés rhéologiques (seuil de cisaillement, viscosité,...). Cela est dû au repositionnement des grains dans la suspension sous l'effet des forces hydrodynamiques. Les conséquences de ces changements peuvent être importantes en causant une ségrégation des particules et une séparation entre les phases liquide et solide de la suspension considérée. Ce problème de stabilité entraînera sans doute une médiocrité des propriétés après durcissement.

La ségrégation statique causée essentiellement par l'effet de la force gravitaire a été largement étudiée. Cependant, très peu d'études ont pris soin de vérifier la ségrégabilité du coulis pendant les mesures rhéologiques notamment lors de l'application de fort taux de cisaillement (ségrégation sous cisaillement) où ce phénomène peut être amplifié. Les paramètres rhéologiques identifiés à partir des courbes d'écoulement obtenues sont alors sous ou surestimés ce qui peut conduire à des erreurs d'interprétation.

Nous essayerons dans ce qui suit d'évaluer la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement. Pour cela nous proposons un protocole d'étude spécifique à cette problématique à l'issue duquel nous développons un nouveau critère permettant de quantifier la ségrégation induite par écoulement. Plusieurs paramètres de formulation seront étudiés pour valider ce nouveau critère basé sur la signature des courbes rhéologiques.

CHAPITRE 2 :

MATÉRIAUX ET MATÉRIELS D'EXPÉRIMENTATION

2.1.Introduction

Le but principal de cette recherche est d'évaluer la ségrégation des coulis cimentaires par rhéométrie. Plus précisément, nous étudions l'influence de la ségrégation sur le comportement et les caractéristiques rhéologiques des coulis. La validation expérimentale de cette approche a été effectuée sur plusieurs coulis à base de ciment, de filler calcaire, de superplastifiant et d'agent de viscosité. Ce qui nous a permis d'évaluer aussi le rôle des paramètres de formulation sur la ségrégation. Un soin particulier a été pris afin d'assurer un malaxage efficace des différents coulis garantissant leur homogénéité initiale. Les essais effectués comprennent en premier lieu la caractérisation des coulis par rhéométrie avec un rhéomètre type Couette à cylindres coaxiaux, mais aussi par des essais d'étalement alors que la ségrégation a été caractérisée par des mesures de masse volumique du coulis pendant les essais rhéométriques et les essais de stabilité. Dans ce chapitre, nous étudions les caractéristiques des matériaux utilisés pour la confection des coulis ainsi que les caractéristiques des matériels employés et les modes opératoires des essais de caractérisation les plus simples. Le protocole de caractérisation du potentiel de ségrégation des coulis est analysé dans le chapitre suivant.

2.2. Matériaux

Dans notre étude expérimentale, les coulis cimentaires sont confectionnés à partir des matériaux suivants : ciment CEM I 52.5 N CP2, addition calcaire, deux superplastifiants et un agent de viscosité.

2.2.1. Ciment CEM I 52.5 N CP2

Le ciment utilisé dans cette étude est de type Portland CEM I 52,5 N CP2 conformément aux normes NF EN 197.1 et NF P15 318. Il provient de l'usine de Villiers-en-Bouin de CALCIA. Les propriétés chimiques et physiques du ciment sont données dans le tableau 2-1. Etant donné que plusieurs lots de ciment ont été utilisés au cours de cette recherche, une

vérification systématique de la répétabilité des résultats des principaux essais mis en œuvre a été opérée pour chaque lot.

Composition chimique	Valeur	Unité
C ₃ S	9	%
C ₂ S	70	%
C ₃ A	8	%
SO ₃	2,9	%
S ⁻ (CP2)	< 0,02	%
Na ₂ O équivalent actif	0,54	%
Caractéristiques mécaniques et physiques	Valeur	Unité
Résistance à 2 jours	30	MPa
Résistance à 28 jours	60	MPa
Surface spécifique Blaine	379	m ² /kg
Masse volumique	3150	kg/m ³
Eau pâte pure	28	%
Début de prise	150	min

Tableau 2-1 : Caractéristiques du ciment CEM I 52.5 N CP2.

2.2.2. Filler calcaire (CA)

Le filler utilisé, Betocarb® HP - MX, désigné par la suite CA, est une addition calcaire conforme à la norme NF P 18-508. Il est fabriqué par le groupe OMYA France. Il se présente sous forme de poudre non-abrasive de calcite cristallisée, caractérisée par une structure rhomboédrique. Le filler calcaire a été choisi afin d'assurer une réduction du besoin en eau lorsqu'il est introduit dans la formulation en substitution du ciment. Les caractéristiques chimiques, physiques et la courbe granulométrique de ce filler calcaire sont présentées sur le Tableau 2-2 et la Figure 2-1 selon des données fournies par le producteur.

Composition chimique	Valeur	Unité
CaCO ₃	98,3	%
Carbonates totaux	99	%
Chlorures	7	ppm
Sulfates	0,0125	%

Soufre total	0,06	%
Matières organiques	0,01	%
Essai au bleu de méthylène	0,4	g/kg
Na ₂ O équivalent actif	0,01	%
Silice totale	0,1	%
Caractéristiques mécaniques et physiques	Valeur	Unité
Surface spécifique Blaine (DIN 66126)	786	m ² /kg
CIE L* (ISO 11664-4)	92	
Indice d'activité à 28 jours (i ₂₈)	0,79	
Taux d'humidité départ usine (ISO 787/2)	0,2	%
Masse volumique (ISO 787/10)	2700	kg/m ³
Masse volumique apparente tassée (ISO 787/11)	1100	kg/m ³

Tableau 2-2 : Caractéristiques du filler calcaire CA

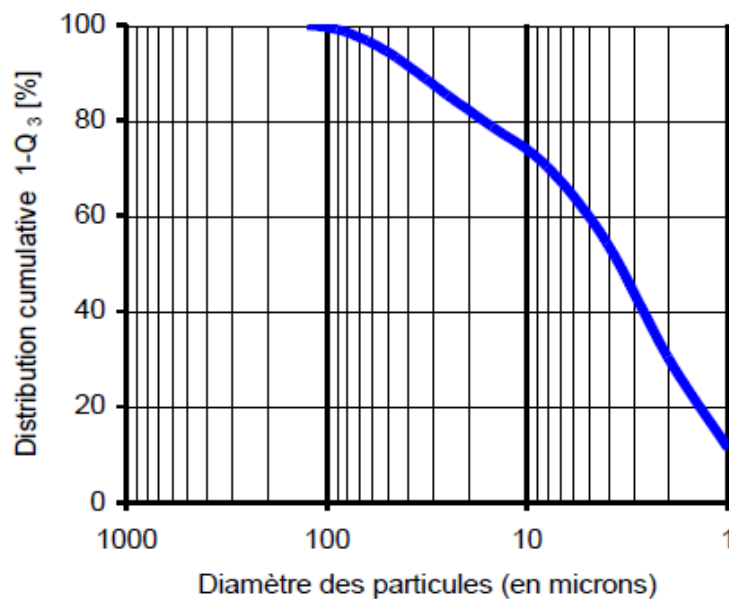


Figure 2-1 : Courbe granulométrique du filler calcaire CA

2.2.3. Superplastifiants (SP)

Deux types de superplastifiant ont été utilisés dans notre étude pour comparer l'influence de la nature du superplastifiant et de son mode d'action sur la rhéologie et sur la ségrégation des coulis cimentaires.

2.4.3.1. Superplastifiant SP1

Le GLENIUM ACE (Admixture Controlled Energy) 456, appelé par la suite SP1, est un adjuvant non chloré issu de nouvelles générations de polycarboxylates. Le GLENIUM ACE 456 est un superplastifiant haut réducteur d'eau particulièrement recommandé pour l'industrie de la préfabrication. Le Tableau 2-3 présente ses principales caractéristiques fournies par le producteur.

Caractéristiques	Valeur	Unité
Aspect	liquide	
Couleur	brun	
Masse volumique (MA002)	$1,07 \pm 0,02$	g/cm^3
pH (MA003)	$6,5 \pm 1,5$	
Teneur en chlorures (MA004)	$< 0,1$	%
Extrait sec	$30 \pm 1,5$	%
Na ₂ O éq.	< 2	%
Etiquetage	pas de symbole exigé	
Dosage conseillé en % de la masse du ciment	$0,2 - 2,0$	%

Tableau 2-3 : Caractéristiques du superplastifiant SP1

2.4.3.2. Superplastifiant SP2

CHRYSO® Fluid GT, appelé par la suite SP2, est un superplastifiant de synthèse à base de polymélamine sulfonée modifiée, spécifiquement mis au point pour être utilisé avec les liants hydrauliques. Sa structure chimique particulière lui confère une efficacité remarquable. Il présente une forte action dispersante vis-à-vis des éléments fins du béton qui engendre une amélioration importante de la maniabilité des bétons ainsi qu'une catalyse des réactions d'hydratation du liant. Ceci permet, par une réduction du besoin en eau très importante, l'obtention de résistances mécaniques élevées dès les plus jeunes âges. Ses propriétés principales figurent dans le Tableau 2-4.

Caractéristiques	Valeur	Unité
Aspect	liquide	
Couleur	violet	
Masse volumique (MA002)	$1,15 \pm 0,01$	g/cm^3
pH (MA003)	$9,5 \pm 1$	
Point de congélation	- 2 °C environ	
Teneur en chlorures (MA004)	$\leq 0,1$	%
Extrait sec (24h, 105 °C)	30 ± 1	%
Extrait sec (EN 480-8)	$30,5 \pm 1,5$	
Na ₂ O éq.	$< 3,05$	%
Dosage conseillé (% de la masse du ciment)	$0,6 - 5,0$	%

Tableau 2-4 : Caractéristiques du superplastifiant SP2

2.2.4. Agent de viscosité (AV)

Le METHOCEL J 75 MS-N, appelé par la suite AV, est une hydroxy-propyl-méthyl cellulose (HPMC) qui a été développé pour une utilisation "prêt à l'emploi" dans les systèmes de dispersion. Le METHOCEL J 75 MS-N est un épaississant à viscosité élevée qui a été traité en surface pour retarder la solubilité, ce qui permet une dispersion facile dans des systèmes aqueux. Il développe une bonne viscosité même lorsque le pH est élevé et sa structure moléculaire résiste à la dégradation bactérienne, contribuant ainsi à l'augmentation de la durée de vie des matériaux formulés avec cet additif.

Caractéristiques	Valeur	Unité
Aspect	poudre	
Couleur	blanche	
Viscosité	60-90	Pa.s
Teneur en humidité	$< 7,0$	%
Taille des particules < 70 standard US Sieve, 212 μm	> 95	%

Tableau 2-5 : Caractéristiques de l'agent de viscosité AV

2.3. Matériels

2.3.1. Malaxeur

Pour la confection des coulis cimentaires, nous avons utilisé un malaxeur à hélice présenté sur la Figure 2-2 . Il permet de malaxer les coulis à une vitesse de rotation contrôlée qui peut atteindre 2200 tours/min. Ce malaxeur est très bien adapté à la confection d'un faible volume du coulis (≤ 1000 ml)

L'objectif du malaxage est de disperser complètement les grains du ciment dans l'eau et d'éliminer par cisaillement intense tout agglomérat éventuel, assurant l'homogénéité du coulis à la fin du malaxage. Face à cet objectif de malaxage complet, nous avons déterminé la durée nécessaire au malaxage complet pour un volume de coulis donné en étudiant, d'une part, la variation de l'étalement au mini cône du coulis malaxé (voir paragraphe suivant) en fonction de la durée de malaxage et d'autre part, l'allure des courbes d'écoulement déterminées par rhéométrie. Nous avons considéré que la durée nécessaire au malaxage complet était atteinte lorsque la prolongation du temps de malaxage au-delà de cette durée ne donnait lieu à aucune augmentation d'étalement et aucune variation significative à l'allure de la courbe d'écoulement.



Figure 2-2 : Malaxeur utilisé pour la confection des coulis cimentaires.

Compte tenu de la capacité de malaxage du malaxeur utilisé et les quantités nécessaires pour les différents essais mis en œuvre, nous avons fixé pour tous les malaxages le volume de coulis à 800 ml, la durée totale de malaxage à 7 minutes et la vitesse maximale de rotation à

700 tours/min, garantissant ainsi une énergie de malaxage identique pour toutes les formulations testées. La procédure détaillée est présentée dans le Tableau 2-6. Nous avons également vérifié, à l'issue de chaque malaxage, qu'aucune ségrégation ne soit visible au fond du bol de malaxage et que la température du coulis soit toujours dans une plage de valeurs limitée de 24 ± 1 °C.

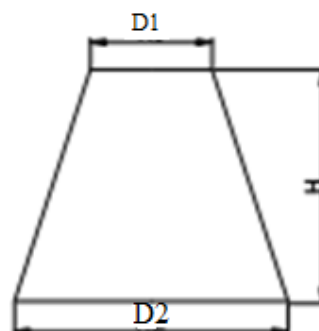
Volume du mélange	800 ml
Introduction du ciment dans l'eau	1 min à 350 tours/min
Malaxage du coulis	6 min à 700 tours/min

Tableau 2-6 : Procédure de malaxage des coulis cimentaires

Tous les essais de caractérisation du coulis ont commencé 90 s après la fin du malaxage (8,5 min après le premier contact eau-ciment) afin de garantir le même état initial au coulis.

2.3.2. Essais au mini cône

Cet essai est un essai de caractérisation empirique courant, qui s'appuie sur le principe du cône d'Abrams. L'essai consiste à mesurer le diamètre d'étalement d'un coulis sur une plaque horizontale en acier préalablement humidifiée. Le mini cône (Figure 2-3) est placé au centre de la plaque et est rempli de coulis cimentaire. Le mini cône est, ensuite, soulevé et le coulis s'écoule sur la table, on mesure le diamètre de la galette d'étalement dans deux directions perpendiculaires et on détermine la valeur moyenne. En plus de la caractérisation de la fluidité du coulis, l'essai au mini cône permet d'identifier visuellement leur aptitude à la ségrégation. Celle-ci est identifiée par la formation, à la périphérie de la galette d'étalement, d'un liseré blanchâtre, très liquide, plus ou moins important selon l'aptitude à la ségrégation du coulis.



$$D1 = 40 \text{ mm} ; D2 = 90 \text{ mm} ; H = 75 \text{ mm}$$

Figure 2-3 : Schéma et dimensions du mini-cône.

Les principaux avantages de cet essai sont la facilité de mise en œuvre (peu de préparation et essai rapide) et la faible quantité de matériau nécessaire à sa réalisation (le volume du cône est égal à 261 ml).

2.3.3. Essais rhéométriques et mesure de la masse volumique pendant les essais

2.4.3.1. Type de rhéomètre

Pour déterminer expérimentalement le comportement rhéologique des coulis cimentaires, nous avons utilisé le rhéomètre rotatif de type Couette à cylindres coaxiaux, Haake RS150, présenté sur la Figure 2-4. Le cylindre extérieur, Z43, est fixe et sert de récipient, son diamètre est $2R_e = 43,40$ mm et son hauteur $H_e = 95$ mm. Le cylindre intérieur, Z38/S, est mobile, son diamètre $2R_i = 38,02$ mm et son hauteur $H_i = 55$ mm. Sa surface latérale est striée afin de diminuer le risque de glissement (Figure 2-5 et Figure 2-7(a)). Le cisaillement a lieu au niveau de l'entrefer (distance radiale entre les deux cylindres) $\Delta R = R_e - R_i = 2,69$ mm qui est faible comparativement aux diamètres des cylindres assurant le cisaillement complet du coulis. Le cylindre extérieur du rhéomètre dispose d'une double paroi où circule l'eau régulée en température par un système de chauffage-refroidissement extérieur permettant de conserver le coulis à une température constante pendant toute la durée de l'essai. La température choisie pour tous les essais est égale à 25°C.



Figure 2-4 : Rhéomètre Haake RS150



Figure 2-5 : Cylindres Z43 (fixe) et Z38/S (mobile)

Le rhéomètre peut fonctionner en régime de taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ contrôlé ainsi qu'en régime de contrainte de cisaillement τ contrôlée. Dans le premier cas, la contrainte de cisaillement τ communiquée au cylindre intérieur pour le maintenir en rotation à un taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ spécifié est mesurée. Au contraire, dans le deuxième cas, c'est le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ du cylindre intérieur soumis à une contrainte de cisaillement τ spécifiée qui est mesuré. La Figure 2-6 présente la gamme du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ et celle de la contrainte de cisaillement τ mesurables par la configuration utilisée pour les deux régimes de mesure. Dans la présente étude, nous avons effectué les mesures rhéométriques avec le régime de taux de cisaillement contrôlé. Toutes les mesures effectuées se situent dans le domaine mesurable avec $\dot{\gamma} \leq 500 \text{ s}^{-1}$ et de $\tau \leq 500 \text{ Pa}$.

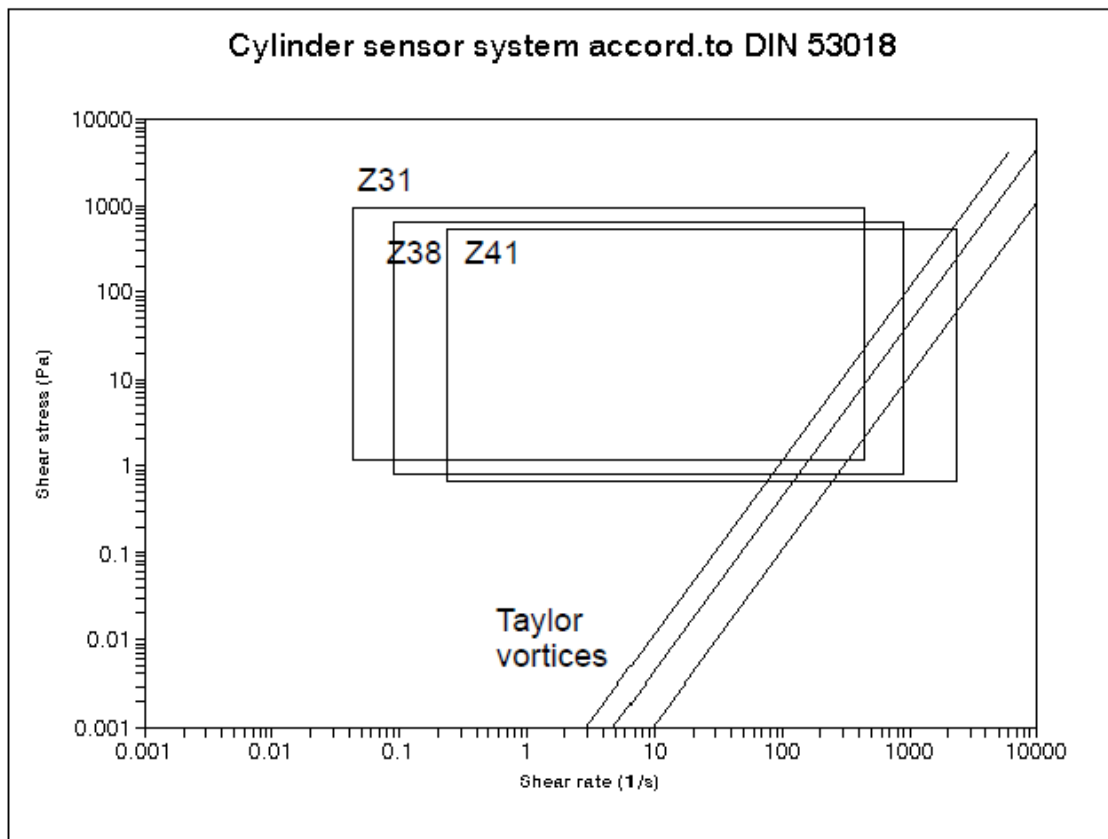


Figure 2-6 : Domaines du taux de cisaillement et de la contrainte de cisaillement mesurables par le rhéomètre Haake RS150 et cylindre Z38/S.

Le rhéomètre permet, par ailleurs, de régler la distance entre le fond du cylindre mobile et celui du cylindre fixe. Cette distance, appelée par la suite gap et notée g , a été fixée pour les essais entre 1 et 10 mm. Avec la variation du gap le volume du coulis cisailé dans l'entrefer par rapport au volume total du coulis dans le rhéomètre varie entre 92,7 et 56,1 % (Figure 2-

7(b) et Tableau 2-7). Dans le cas d'un coulis homogène et non ségrégatif, la valeur du gap n'a pas d'influence sur les mesures. Nous allons démontrer par la suite que ceci n'est pas vérifié dans le cas où le coulis ségrège dans le rhéomètre.

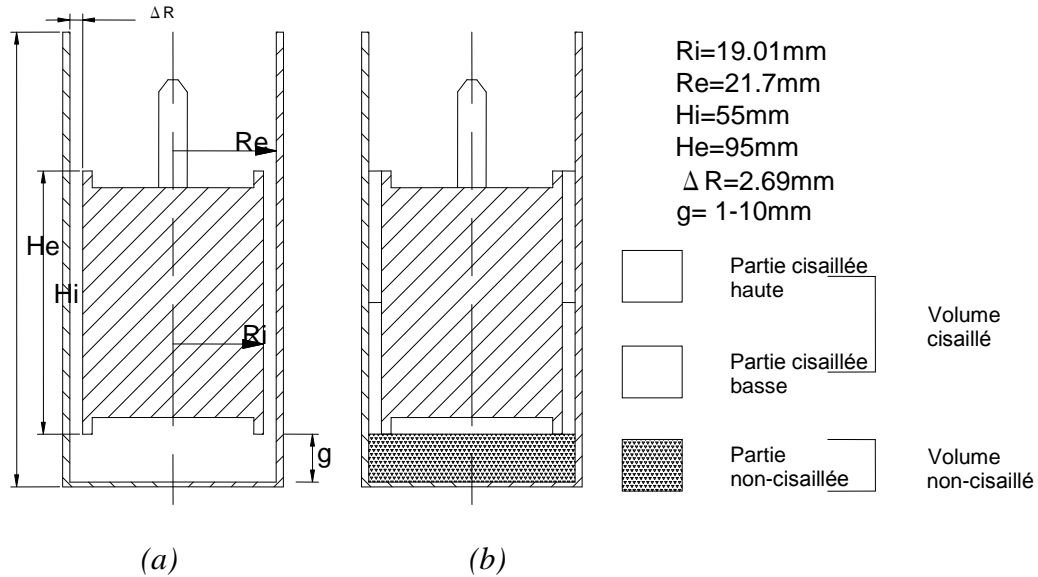


Figure 2-7 : (a) Caractéristiques géométriques des cylindres du rhéomètre
(b) Désignation des différents volumes du coulis dans le rhéomètre.

Gap g (mm)	V_{total} (ml)	$V_{\text{non-cisailé}}$ (ml)	$V_{\text{cisailé}}$ (ml)	$V_{\text{cisailé}}/V_{\text{total}}$ (%)
1	20,39	1,48	18,91	92,7
2	21,87	2,96	18,91	86,5
3	23,35	4,44	18,91	81,0
4	24,83	5,91	18,91	76,2
10	33,70	14,79	18,91	56,1

Tableau 2-7 : Répartition des volumes dans le rhéomètre en fonction du gap.

2.4.3.2. Calcul des grandeurs rhéologiques.

Dans le chapitre 1, nous avons présenté les équations générales pour déterminer les grandeurs rhéologiques. Ces équations sont établies en se basant sur les hypothèses que le fluide mesuré est newtonien et il n'y a pas de glissement. La contrainte de cisaillement τ exercée sur la surface du cylindre intérieur est proportionnelle au moment M par la relation ci-dessous :

$$\tau_r = \frac{M}{2\pi r^2 H i} \quad (Eq\ 2. 1)$$

Le taux de cisaillement est proportionnel à la vitesse angulaire Ω du rhéomètre.

$$\dot{\gamma} = \frac{2R_e^2}{R_e^2 - R_i^2} \Omega \quad (Eq\ 2. 2)$$

Il faut souligner que la contrainte de cisaillement τ et le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$ déterminés à partir des équations ci-dessus, intégrées dans le logiciel de mesure du rhéomètre Haake RS150 utilisé, ne représente rigoureusement que le comportement rhéologique des fluides newtoniens. Par contre, pour le cylindre Z38/S utilisé, elles peuvent également représenter avec une bonne approximation le comportement rhéologique des fluides non newtoniens parce que l'entrefer entre les deux cylindres est suffisamment faible devant leur rayon (Nguyen 2007). En fait, dans cette situation, nous pouvons constater que :

$$e = \frac{R_e - R_i}{R_i} = 0,14 \ll 1 \quad (Eq\ 2. 3)$$

Dans ce cas-là (Eq 2.3), la contrainte de cisaillement varie très peu et peut être considérée, avec une très bonne approximation, comme constante dans tout l'échantillon, désignée donc par τ . Comme la vitesse de cisaillement ne dépend que de la contrainte de cisaillement, elle doit être également constante dans tout l'échantillon, désignée donc par $\dot{\gamma}$, et on peut déduire l'expression approximative suivante pour le taux de cisaillement $\dot{\gamma}$.

$$\dot{\gamma} = \frac{R_i}{R_e - R_i} \Omega \quad (Eq\ 2. 4)$$

Il est facile de constater que les équations 2.2 et 2.4 sont respectivement équivalentes dans le cas où $e \ll 1$. Elles ne diffèrent respectivement de ces dernières que d'un terme négligeable proportionnel à e . Toutes ces relations sont donc valables et sont d'autant plus justifiées que e est petit devant 1. Dans le cas où l'entrefer est plus large, il est convient d'utiliser la relation intégrale rigoureuse entre le couple et la vitesse de rotation pour calculer les grandeurs rhéologiques (Nguyen 2007).

2.4.3.3. Avantages et inconvénients de l'appareil utilisé

Le grand avantage du rhéomètre rotatif à cylindres coaxiaux utilisé réside dans le fait qu'il permet de déterminer, avec une bonne approximation grâce à l'entrefer étroit, la contrainte et

le taux de cisaillement à partir du couple mesuré et la vitesse de rotation imposée. Ceci permet, d'une part, de déterminer facilement le comportement rhéologique du fluide étudié et, d'autre part, d'améliorer la précision des résultats lors de l'étude des fluides présentant un effet d'hystérésis en donnant à l'échantillon un état de structuration et donc les caractéristiques rhéologiques qui sont homogènes dans tout l'échantillon.

De plus, l'utilisation du cylindre mobile Z38/S dont la surface est striée permet de s'affranchir des problèmes liés au glissement existant entre la paroi d'un cylindre plein et le coulis. Autrement dit, ce système élimine l'effet de paroi qui touche les suspensions de particules au contact d'un mobile lisse et qui engendre une baisse de la concentration solide entre la masse de l'échantillon et la pâte se trouvant près de la surface du cylindre mobile (Figure 2-8).

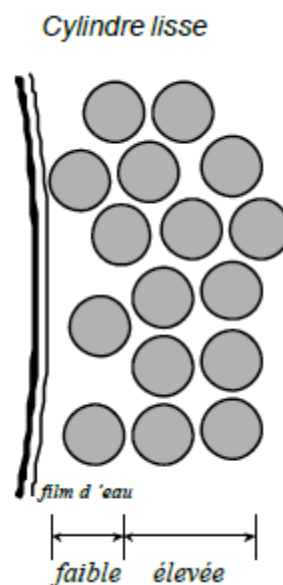


Figure 2-8 : Schéma simplifié de l'effet de paroi d'une suspension mono disperse contre un cylindre lisse.

L'utilisation de ce type de rhéomètre comporte néanmoins certains inconvénients, concernant surtout la représentativité de l'échantillon puisque ce système limite l'analyse à seulement quelques millilitres de coulis cimentaire. D'autre part, son utilisation est limitée à des suspensions de grains solides de faible dimension à cause de l'entrefer étroit.

2.4.3.4. Mesures de la masse volumique du coulis dans le rhéomètre

Les mesures de la masse volumique sont très simples et ne nécessitent aucun équipement particulier en dehors d'une seringue gradué précise au 0,1 ml près et une balance précise au 0,01 g près.

La mesure de la masse volumique du coulis au rhéomètre à un moment donné consiste à prélever avec la seringue d'abord les 9,5 ml de la partie cisailée haute et ensuite les 9,5 ml de la partie cisailée basse dans le rhéomètre (Figure 2-8 (a)) et les peser. Pour les coulis ségrégatifs, il existe éventuellement une couche précipité au fond du rhéomètre, ce qui occupe une partie du volume cisailée basse du coulis. Dans ce cas-là, seul la phase liquide de la partie cisailée basse est prélevée par la seringue ($<9,5$ ml). Bien évidemment, la mesure de la masse volumique à différents moments d'un essai rhéométrique demande à recommencer chaque fois tout l'essai à partir du malaxage du coulis et jusqu'au moment désiré. Cette procédure particulièrement lourde permet néanmoins de vérifier la répétabilité des essais rhéométriques en comparant les fractions communes des courbes d'écoulement obtenues.

2.3.4. Essai de caractérisation de la ségrégation statique et mesure de la masse volumique

Pour caractériser la ségrégation statique du coulis, nous avons utilisé un tube transparent de volume 30 ml et de hauteur 55 mm (identique à la hauteur du cylindre mobile dans le rhéomètre). Après le malaxage, le coulis est versé dans le tube et maintenu au repos laissant se produire la ségrégation par effet gravitaire.

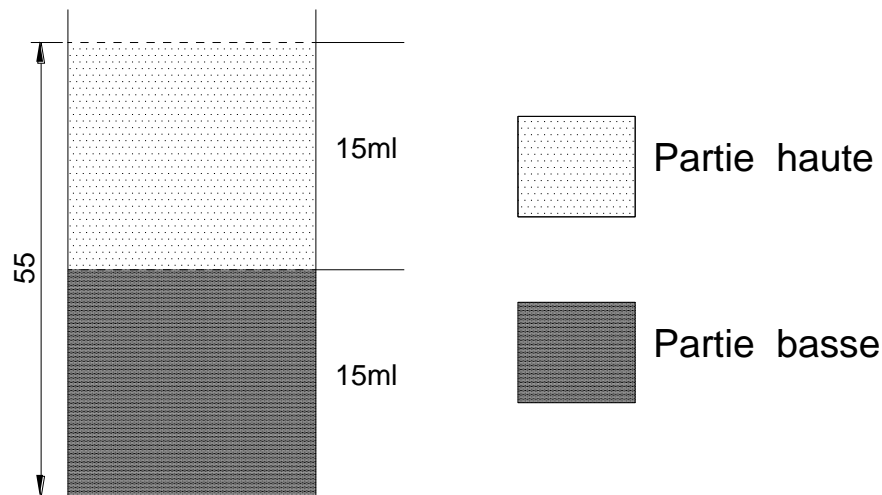


Figure 2- 9 : Schémas de l'essai de caractérisation de la ségrégation statique

La mesure de la masse volumique dans les deux parties (haute et basse) du tube à un moment donné a été effectuée comme dans le cas des mesures de masse volumique dans le rhéomètre, grâce à une seringue graduée de précision 0,1 ml permettant de récupérer la fraction haute de 15 ml de coulis et ensuite la fraction basse qui par la suite ont été pesées.

Dans le cas des coulis ségrégatifs, une couche dense et sombre de grains de ciment précipite au fond du tube. Cette couche ne peut pas être aspirée par la seringue. Nous avons calculé la masse volumique de cette couche dense en tenant compte de la masse volumique et du volume (15 ml) du coulis de la partie haute du tube, de la masse volumique et du volume (< 15ml) de la partie basse du tube et de la masse volumique initiale et du volume total (30 ml) du coulis dans le tube. Le calcul de la masse volumique de la couche dense a été vérifié par des mesures du rapport eau/solide de cette couche suite à un séchage à 105 °C jusqu'à masse constante en considérant que le rapport eau/solide de la couche dense correspond à son rapport E/C.

Bien évidemment pour avoir plusieurs mesures de masse volumique en fonction du temps, une série de tubes identiques ont été préparés préalablement.

2.4.Synthèse

Dans ce chapitre, nous avons présenté de manière générale des matériaux et des appareils utilisés pour nos essais expérimentaux. Le choix des matériaux a été effectué de manière à pouvoir étudier l'influence des différents paramètres de formulation des coulis sur le phénomène de ségrégation. Aussi deux superplastifiants de nature et de mode d'action différents et un agent de viscosité ont été employés pour la formulation de coulis à base de ciment et de filler calcaire. Pour la détermination des caractéristiques rhéologiques des coulis cimentaires, nous avons utilisé le rhéomètre rotatif à cylindres coaxiaux avec le cylindre mobile intérieur à surface striée et à entrefer étroit. Grâce à ses avantages (surface striée, entrefer étroit), le rhéomètre peut déterminer avec une bonne approximation les caractéristiques rhéologiques des coulis lorsqu'ils restent homogènes et ne ségrégent pas. Nous avons également défini une procédure de malaxage qui assure l'homogénéité des coulis cimentaires avant leur caractérisation rhéologique. La démarche suivie pour déterminer la ségrégation par rhéométrie ainsi que l'analyse de l'influence de la ségrégation sur le comportement rhéologique des coulis seront présentées dans le chapitre suivant.

CHAPITRE 3 :

MISE AU POINT D'UN PROTOCOLE DE CARACTÉRISATION DU POTENTIEL DE SÉGRÉGATION DES COULIS CIMENTAIRES SOUS CISAILLEMENT

3.1. Introduction

Usuellement, lors de la caractérisation rhéologique d'une suspension cimentaire par rhéométrie, on s'assure qu'elle conserve son homogénéité et ne présente aucune ségrégation. Pourtant, sous l'effet de cisaillement pendant la caractérisation rhéologique, les grains de ciment peuvent ne pas être stabilisés et précipiter de manière plus ou moins importante sous l'action combinée de la gravité et du cisaillement. Des coulis stables au repos peuvent devenir plus ou moins ségrégatifs sous cisaillement (Gelade 2001). Ce phénomène compromet l'homogénéité du matériau et entraîne des erreurs sur les caractéristiques rhéologiques déterminées comme la contrainte de cisaillement ou la viscosité apparente.

Comme l'étude bibliographique l'a montré, très peu d'études ont pris soin de vérifier ou d'identifier la ségrégation des coulis cimentaires pendant la caractérisation rhéologique. Dans le cas des bétons, O. Wallevik a proposé une méthodologie qui permet de vérifier s'il y a eu la ségrégation à la fin de la mesure rhéologique en ajoutant un « point de ségrégation » dans le protocole de mesure (Wallevik 2009). Ce protocole consiste à une mesure additionnelle après une phase descendante du taux de cisaillement sur un palier de taux cisaillement égal à $2/3$ du taux de cisaillement maximal (Figure 3- 1). Lorsqu'il n'y a pas de ségrégation pendant la mesure, la valeur de la contrainte de cisaillement pendant la mesure additionnelle doit rester très proche de celle obtenue pour le même taux de cisaillement pendant la phase descendante. Sinon, on considère que la ségrégation est d'autant plus importante que ces deux valeurs s'écartent.

Si cette méthodologie permet de contrôler la qualité des mesures rhéologiques elle ne permet pas d'évaluer le potentiel de ségrégation des coulis à fort taux de cisaillement ni l'influence de la ségrégation sur le comportement rhéologique des coulis.

Afin de caractériser la ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement, nous avons développé un protocole spécifique comportant plusieurs paliers de taux de cisaillement. Ce protocole permet de comprendre l'éventuelle évolution de l'état du coulis au cours des essais

et d'identifier et quantifier l'éventuelle ségrégation du coulis cimentaire à cause et pendant l'essai rhéométrique.

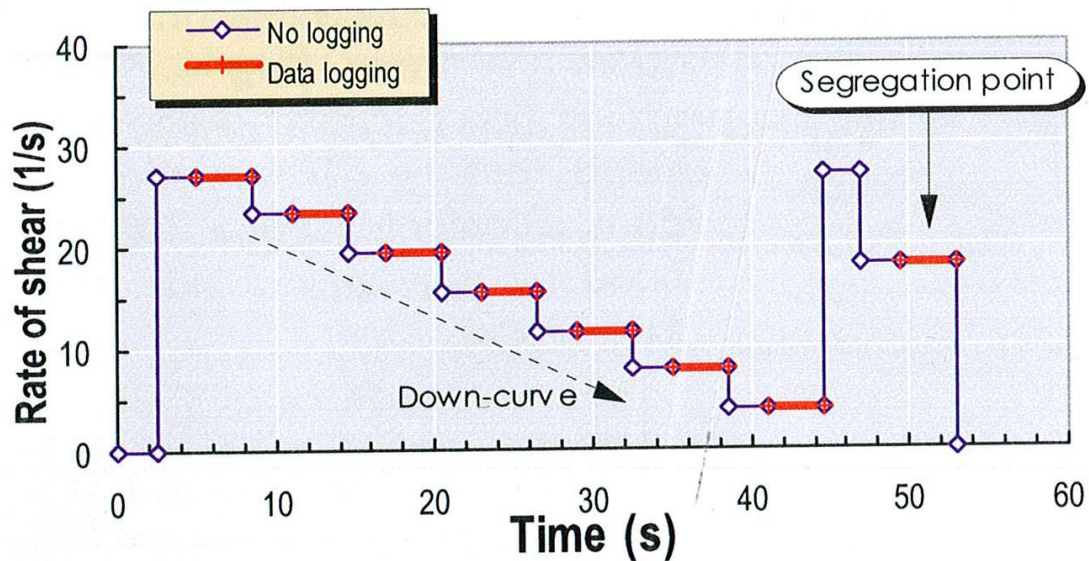


Figure 3- 1 : Protocole proposé par O. Wallevik pour le contrôle de la ségrégation des bétons pendant un essai rhéométrique (Wallevik 2009).

3.2. Protocole de caractérisation du potentiel de ségrégation des coulis cimentaires

3.2.1. Principe du protocole

Afin de caractériser le potentiel de ségrégation des coulis cimentaires, un protocole d'essai spécifique a été mis au point comportant deux cycles composés de différents paliers de taux de cisaillement entre 0 et 500 s^{-1} (Figure 3-2). Chaque cycle de cisaillement se compose d'un pré-cisaillement à taux de 500 s^{-1} et une mesure rhéologique en phase de descente dont le taux de cisaillement évolue progressivement de et 300 s^{-1} à 0.1 s^{-1} .

Plus précisément, après la fin du malaxage et le remplissage du rhéomètre, qui est effectué dans un laps de 90 s, le protocole commence (8,5 min après le premier contact eau-ciment) par un pré-cisaillement à haute vitesse, composé d'une montée régulière du taux de cisaillement de 0 à 500 s^{-1} dans un laps de 30 s suivi d'un palier de 120 s à taux de cisaillement constant (à 500 s^{-1}) et d'une descente à 0 s^{-1} dans un laps de 30 s. Le coulis est ensuite laissé au repos pendant 30 s. Ensuite, un nouveau palier de taux de cisaillement de 300 s^{-1} (montée directe) est effectué pendant 50 s, suivi d'une phase descendante composée de 35 paliers courts en diminuant chaque fois le taux de cisaillement. Des paliers de 5 s sont choisis dans une gamme de taux de cisaillement comprise entre 300 et 10 s^{-1} et des paliers de 10 s

dans la gamme de taux de cisaillement entre 6 et $0,1 \text{ s}^{-1}$ afin de laisser le temps nécessaire à la stabilisation de la valeur du couple de cisaillement mesurée. Après un repos de 30 s le cycle précédent est répété en entier une deuxième fois. La durée totale du protocole est de 19,5 min. Ainsi à la fin des mesures, l'âge du coulis à partir du début du malaxage est de 28 minutes. Nous considérons que dans ce laps de temps l'effet de l'hydratation sur la rhéologie du coulis n'est pas significatif.

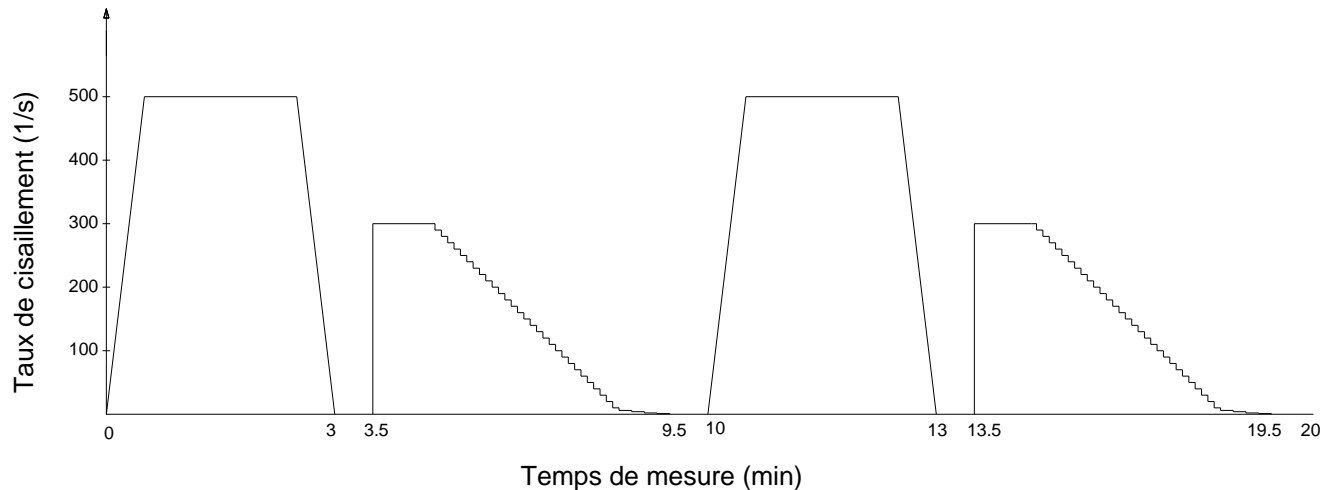


Figure 3-2 : Protocole d'essai rhéométrique

Pour chaque coulis, le protocole précédent est appliqué systématiquement deux fois. Une fois avec le gap de 1 mm (entre le fond du récipient fixe du rhéomètre et le fond du cylindre mobile) et une fois avec le gap de 10 mm. Chaque application du protocole est précédée de la préparation d'une nouvelle gâchée de coulis malaxé et caractérisée dans les mêmes conditions expérimentales.

3.2.2. Justification du choix des paramètres du protocole

3.2.2.1. Pré-cisaillement à un taux élevé

Chaque cycle du protocole commence avec un palier de 120 s à taux de cisaillement 500 s^{-1} . Le but de cette étape de pré-cisaillement est d'homogénéiser l'échantillon dans le rhéomètre et lui donner un état de référence initial, reproductible très proche de celui obtenu à la fin du malaxage.

3.2.2.2. Les mesures en phase descendante

Les coulis cimentaires sont des suspensions thixotropes dont le comportement rhéologique dépend de l'histoire de cisaillement. Par conséquent, les courbes d'écoulement en phase de montée et en phase de descente ne sont généralement pas confondus (Nguyen 2007). Afin de s'affranchir du caractère thixotropie des coulis cimentaires, la phase descendante est souvent utilisée par les chercheurs pour déterminer les caractéristiques rhéologiques des coulis (Cyr 1999) (Nguyen 2007) (Wallevik et Wallevik 2011). Car, la diminution progressive du taux de cisaillement empêche la restructuration des particules de la suspension alors que la montée progressive du taux de cisaillement détruit les liaisons formées à plus faible taux de cisaillement.

Afin de mettre en évidence la différence entre phase montante et phase descendante, nous avons effectué des essais en utilisant le protocole de V.H. Nguyen (Nguyen 2007) pour caractériser un coulis cimentaire de rapport E/C = 0,45 sans adjuvant (Figure 3-3).

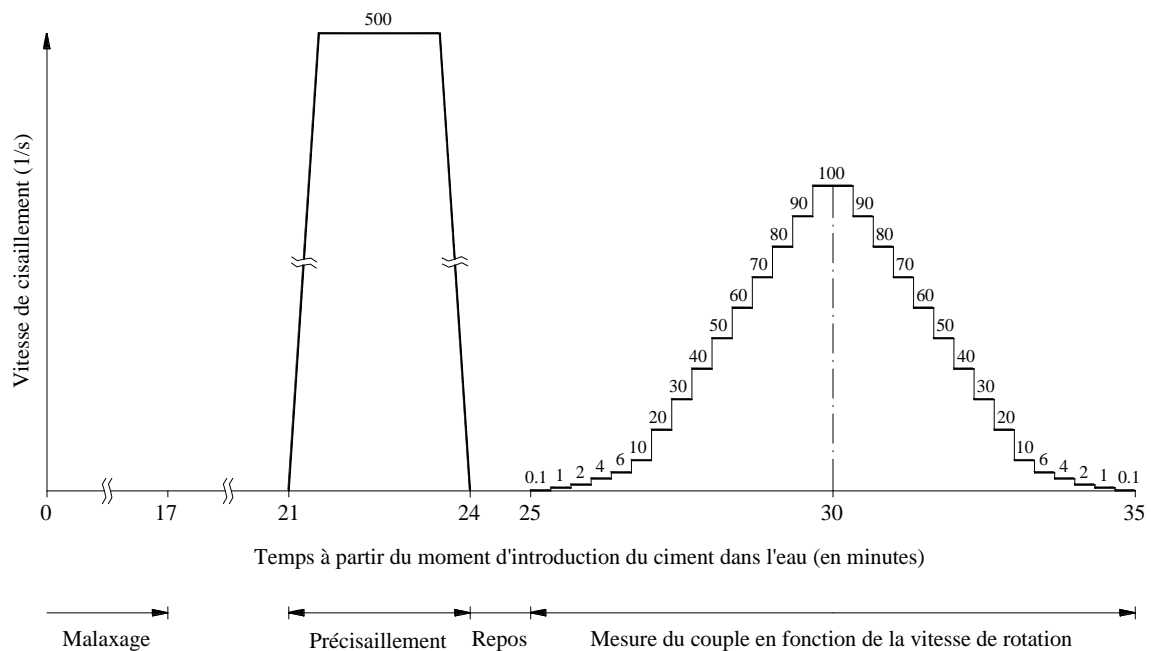


Figure 3-3 : Protocole d'essais rhéométrique comportant une phase montante et une phase descendante proposé par V.H. Nguyen (Nguyen 2007).

La Figure 3-4 présente les courbes d'écoulement en phase de montée et de descente du coulis cimentaire étudié, mesurées expérimentalement en utilisant le cylindre intérieur rainuré dans une gamme de vitesses de cisaillement comprise entre 0,1 et 100 s⁻¹. Nous pouvons constater que la courbe d'écoulement en phase de descente suit bien le modèle de Herschel-Bulkley alors que celle en phase de montée présente un comportement expérimental singulier

notamment à faible taux de cisaillement (moins de 10 s^{-1}) en raison de la structuration du coulis. Pour cette raison, nous avons choisi de caractériser le coulis en phase descendante.

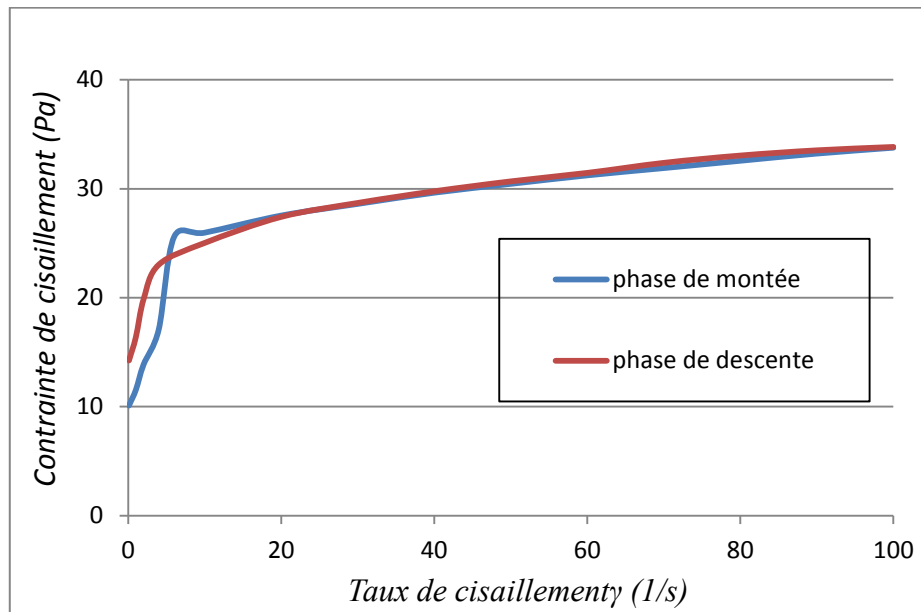


Figure 3-4 : Courbe d'écoulement en phase montante et en phase descendante d'un coulis de rapport $E/C = 0,45$ sans adjuvant.

3.2.2.3. La gamme du taux de cisaillement

Dans la littérature, pour caractériser le comportement rhéologique des matériaux cimentaires, la plupart des études utilisent des protocoles dont le taux de cisaillement ne dépasse pas 100 s^{-1} . Nous savons que la gamme de taux de cisaillement a une influence importante dans la caractérisation rhéométrique des coulis cimentaires et dépend des conditions de mise en œuvre (Geiker *et al.* 2002), (Nguyen 2007). Elle doit être choisie de manière appropriée afin d'obtenir des caractéristiques rhéologiques fiables. D'autre part, comme il a été mentionné dans la littérature, le taux de cisaillement a un effet d'amplification de la ségrégation des coulis cimentaires. Cette ségrégation est d'autant plus importante que le taux de cisaillement est plus élevé. Dans la présente étude, afin d'élargir le champ des mesures rhéologiques et d'évaluer l'influence de ségrégation sur le comportement rhéologique des coulis à grand taux de cisaillement, nous avons choisi la gamme de taux de cisaillement comprise entre $0,1$ et 300 s^{-1} .

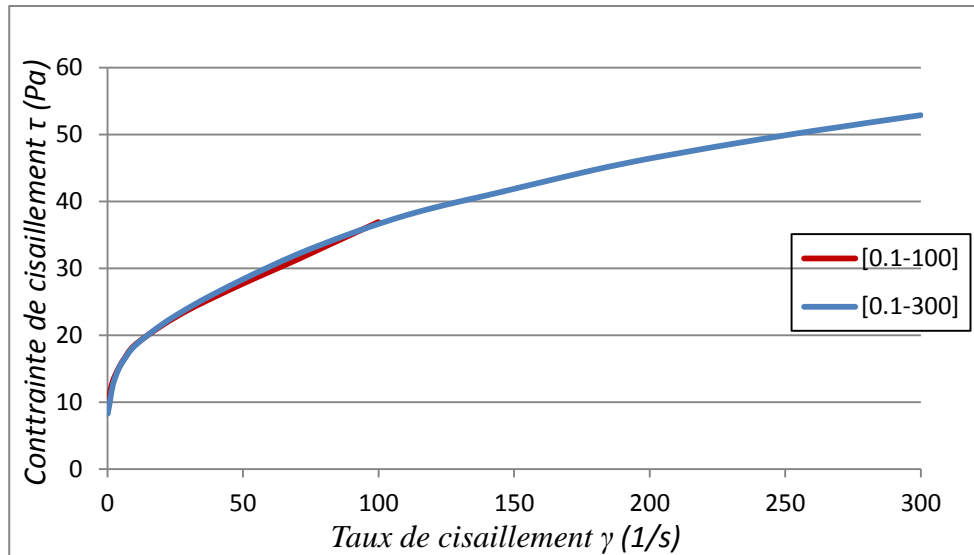


Figure 3-5 : Les courbes d'écoulement mesurées dans la gamme de taux de cisaillement $0,1 \text{ s}^{-1}$ - 100 s^{-1} et $0,1 \text{ s}^{-1}$ - 300 s^{-1} du coulis de rapport E/C 0,45 sans adjuvant.

La Figure 3-5 présente les deux courbes d'écoulement du coulis de rapport E/C 0.45 sans adjuvant mesurées dans la gamme de taux de cisaillement $0,1$ - 100 s^{-1} et $0,1$ - 300 s^{-1} . Nous constatons que le comportement du coulis observé dans la gamme $0,1$ - 300 s^{-1} est de type fluide à seuil rhéofluidifiant et correspond au modèle de Herschel-Bulkley avec un exposant $n < 1$ et un seuil de cisaillement $\tau_0 > 0$. De plus, la courbe d'écoulement obtenue dans cette gamme de taux de cisaillement est pratiquement superposée à celle obtenue avec un taux de cisaillement entre $0,1 \text{ s}^{-1}$ et 100 s^{-1} . Ceci montre que la gamme de taux de cisaillement $0,1$ - 300 s^{-1} est tout à fait fiable pour caractériser le comportement rhéologique des coulis cimentaires.

3.2.2.4. La durée de chaque palier de cisaillement

Lors du fonctionnement du rhéomètre, la durée de chaque palier de cisaillement est divisée en deux parties. La première partie pendant laquelle aucune valeur de contrainte de cisaillement n'est enregistrée, car, pendant cette partie, il se produit une variation de la contrainte de cisaillement à cause du temps nécessaire au mécanisme du rhéomètre à atteindre le taux de cisaillement imposé (temps de réponse). Par la suite, au cours de la seconde partie, la contrainte de cisaillement est stable, et les valeurs sont enregistrées. La moyenne des valeurs enregistrées représentent la contrainte de cisaillement à l'équilibre pour un taux de cisaillement donné.

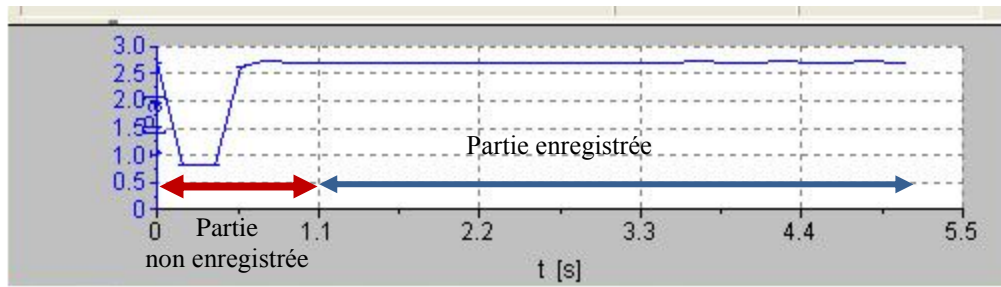


Figure 3-6 : Exemple de mesure de contrainte de cisaillement sur un palier du taux de cisaillement (capture d'écran)

La Figure 3-6 présente un exemple de mesure pour un palier donné et montre la variation de la contrainte de cisaillement pendant la mesure de ce palier. Nous constatons que la contrainte de cisaillement du coulis atteint sa valeur équilibre très vite (à moins de 0,5 s). Nous avons choisi en effet le temps de cisaillement pour chaque palier de 5 secondes parce que cette durée est suffisante pour enregistrer des valeurs de contrainte de cisaillement stable et reproductible. Par contre, pour les paliers à très faible taux de cisaillement ($< 10 \text{ s}^{-1}$), où le coulis a besoin de plus de temps pour atteindre la valeur de contrainte de cisaillement stable, nous avons choisi de prolonger le temps de cisaillement jusqu'à 10 secondes pour ces paliers.

3.2.2.5. Les essais rhéométriques avec des gaps de 1 et de 10 mm

Nous rappelons que le rhéomètre utilisé dans cette étude est de type Couette à cylindres coaxiaux. La distance entre le fond du cylindre mobile et celui du cylindre fixe, appelée gap peut être réglée. Cette distance conditionne le volume du coulis non cisailé restant au fond du rhéomètre par rapport au volume du coulis cisailé dans l'entrefer (Figure 3-7).

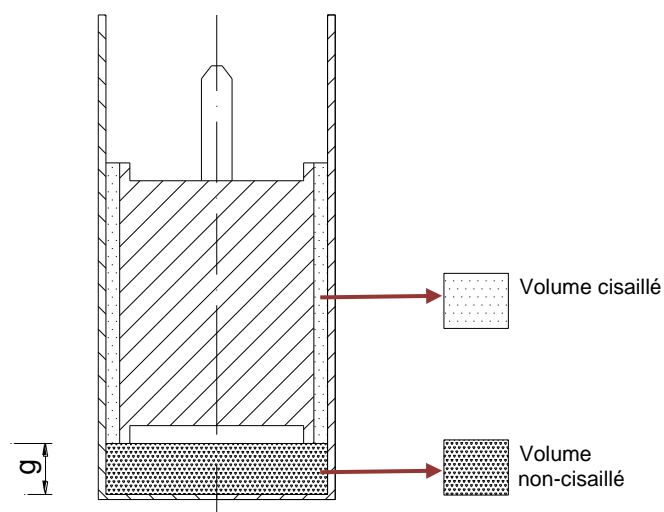


Figure 3-7 : Répartition des volumes de coulis dans le rhéomètre

Lorsqu'un coulis reste stable pendant l'essai rhéométrique, la hauteur du gap n'a aucune influence sur les mesures, car, le coulis est homogène tant dans le volume cisailé que dans le volume non cisailé du rhéomètre.

En revanche, lors d'une éventuelle ségrégation du coulis dans le rhéomètre, pendant l'essai rhéométrique, il y a une densification de la phase solide du coulis dans la partie non cisailée au fond du récipient fixe du rhéomètre en même temps qu'une élution des grains dans la partie cisailée du coulis. La densité du coulis dans cette partie cisailée, qui varie au cours de l'essai, dépend directement de la valeur du gap. Afin d'évaluer l'influence du gap sur la mesure rhéologique dans le cas d'un coulis ségrégatif, nous avons effectué une série d'essai en variant le gap de 1 mm à 10 mm sur un coulis de rapport E/C = 0,45 adjuvanté avec 1% de superplastifiant SP1 qui comme sera démontré par la suite est ségrégatif.

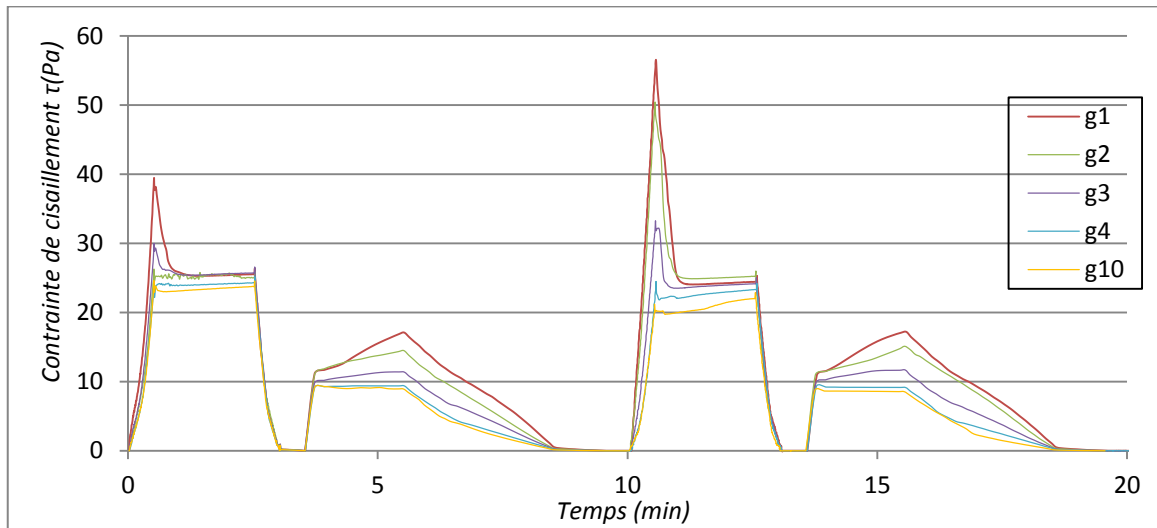


Figure 3-8 : Influence du gap sur la variation de la contrainte de cisaillement du coulis avec un rapport E/C 0,45 et adjuvanté avec 1% de superplastifiant SP1.

Les résultats (Figure 3-8) montrent, en effet, que les valeurs de contrainte de cisaillement sont fortement influencées par la hauteur du gap. Pour des faibles valeurs du gap (jusqu'à 4mm), la contrainte de cisaillement lors des différentes phases du protocole est d'autant plus forte que la hauteur du gap est faible. De plus, un pic de contrainte au début des paliers de pré-cisaillement à 500 s^{-1} apparaît et il est d'autant plus fort que le gap est faible. Pour des hauteurs de gap supérieures à 4mm, la contrainte de cisaillement n'est plus influencée par la hauteur du gap et le pic devient insignifiant. Ainsi les courbes d'écoulement déterminées avec un gap de 4 et de 10mm sont quasi superposables pour les deux cycles du protocole. Nous allons démontrer ci-après que l'influence de la hauteur du gap est directement corrélée au phénomène de ségrégation du coulis pendant l'essai. Pour mettre en exergue l'influence de la

ségrégation, nous avons choisi pour chaque coulis étudié d'appliquer le même protocole d'essai rhéométrique avec le gap de 1 mm et de 10 mm sur des gâchées indépendantes préparées dans les mêmes conditions expérimentales.

3.2.2.6. Répétabilité des essais rhéométriques

Afin de vérifier la répétabilité de l'expérience réalisée avec le protocole de caractérisation rhéologique précédemment définie, nous avons répété un certain nombre de mesures rhéométriques sur le coulis cimentaire étudié (E/C = 0.45, 1%SP1) pour un gap de 1 mm.

La Tableau 3- 1 et la Figure 3- 9 présentent, respectivement, les valeurs de contrainte de cisaillement mesurées et la courbes d'écoulement moyenne (la valeur moyenne des contraintes de cisaillement en fonction du taux de cisaillement) obtenue dans la phase descendante du protocole lors de trois essais indépendants. Nous pouvons constater que les résultats expérimentaux obtenus sont raisonnablement proches d'une mesure à l'autre avec les écarts type faibles malgré la ségrégation du coulis dans le rhéomètre. Ceci montre que la procédure de caractérisation rhéologique définie permet d'obtenir une bonne répétabilité des mesures même dans le cas de coulis ségrégatifs.

$\dot{\gamma}$ / N°	$\tau(\text{Pa})$			Moyenne	Écart type
	1	2	3		
300	15.59	15.19	14.86	15.21	0.299
290	14.84	14.84	14.17	14.62	0.315
280	14.22	14.08	13.61	13.97	0.261
270	13.67	13.49	13.4	13.52	0.112
260	13.12	12.88	12.83	12.94	0.126
250	12.60	12.40	12.38	12.46	0.099
240	12.17	11.91	12.04	12.04	0.108
230	11.71	11.43	11.75	11.63	0.144
220	11.29	10.97	11.45	11.24	0.199
210	10.92	10.59	11.08	10.86	0.204
200	10.53	10.23	10.72	10.49	0.203
190	10.12	9.84	10.36	10.11	0.212
180	9.69	9.43	9.996	9.71	0.231
170	9.24	9.01	9.612	9.29	0.248
160	8.79	8.57	9.207	8.85	0.266
150	8.31	8.11	8.787	8.40	0.283
140	7.82	7.64	8.341	7.93	0.297
130	7.32	7.16	7.876	7.45	0.306
120	6.81	6.67	7.384	6.95	0.309

110	6.28	6.15	6.87	6.43	0.312
100	5.74	5.63	6.346	5.91	0.315
90	5.18	5.09	5.783	5.35	0.310
80	4.60	4.53	5.209	4.78	0.306
70	4.02	3.96	4.61	4.19	0.295
60	3.42	3.37	3.988	3.59	0.279
50	2.81	2.79	3.351	2.98	0.261
40	2.20	2.18	2.713	2.37	0.246
30	1.59	1.59	2.067	1.75	0.224
20	1.02	1.01	1.396	1.14	0.180
10	0.47	0.48	0.709	0.55	0.110
6	0.29	0.30	0.454	0.35	0.076
4	0.20	0.21	0.327	0.24	0.059
2	0.11	0.11	0.198	0.14	0.042
1	0.05	0.06	0.114	0.08	0.026
0.1	0.00	0.01	0.0166	0.01	0.006

Tableau 3- 1: Contraintes de cisaillement mesurées à différents paliers du taux de cisaillement lors de trois essais indépendants suivant le protocole d'essais rhéométrique

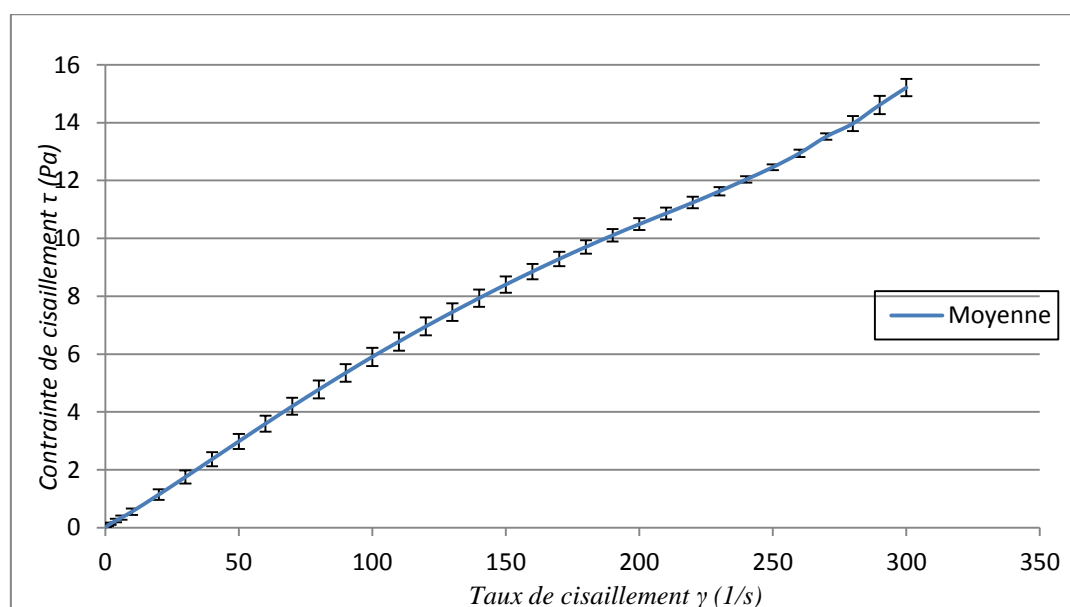


Figure 3- 9 : Courbe d'écoulement correspondant aux résultats de trois essais indépendants du Tableau 3-1.

3.3. Caractérisation de la ségrégation des coulis au cours des essais rhéométriques

Afin de caractériser directement l'éventuelle ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement, le protocole précédent a été complété par des mesures de masse volumique à

différents moments caractéristiques des cycles rhéométriques. Après une série d'essais exploratoires, 5 moments ont été jugés importants pour la mesure de la masse volumique, désignés par les chiffres de 0 à 4 sur le déroulement du protocole de caractérisation rhéologique de la Figure 3- 10.

Ces 5 moments caractéristiques sont :

- 0 – avant le début du protocole de caractérisation rhéologique des coulis cimentaires ($t = 0$)
- 1 – à la fin du palier de 300 s^{-1} et avant le début de la phase descendante du premier cycle ($t = 4,5 \text{ min}$)
- 2 – à la fin de la phase descendante du premier cycle et avant le repos ($t = 9,5 \text{ min}$)
- 3 – à la fin du palier du deuxième pré-cisaillement à 300 s^{-1} ($t = 12,5 \text{ min}$)
- 4 – à la fin de la phase descendante du deuxième cycle correspondant à la fin du protocole ($t = 19,5 \text{ min}$)

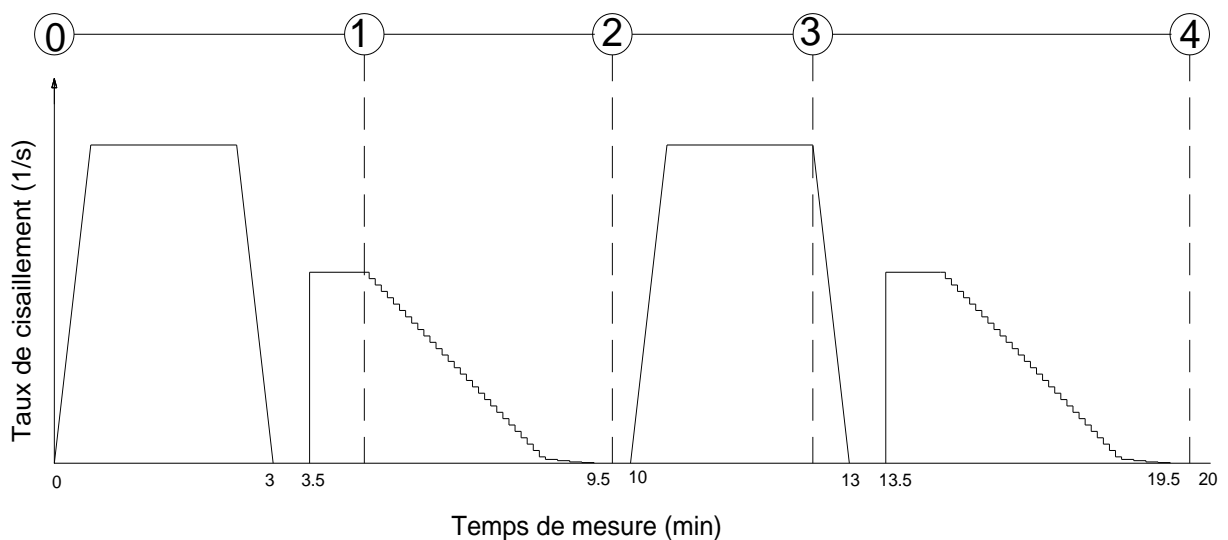


Figure 3- 10 : Mesure de la masse volumique du coulis à 5 étapes caractéristiques du protocole

Nous précisons que les mesures ont consisté à suivre le protocole jusqu'au moment n choisi ($n = 0$ à 4), à arrêter le rhéomètre et à effectuer un prélèvement de la partie haute et un prélèvement de la partie basse du volume cisailé de coulis dans le rhéomètre avec la seringue graduée. Chacun des deux prélèvements est de $9,5 \text{ ml}$ et correspond à la moitié du volume du coulis cisailé dans l'entrefer comme l'illustre la Figure 3- 11.

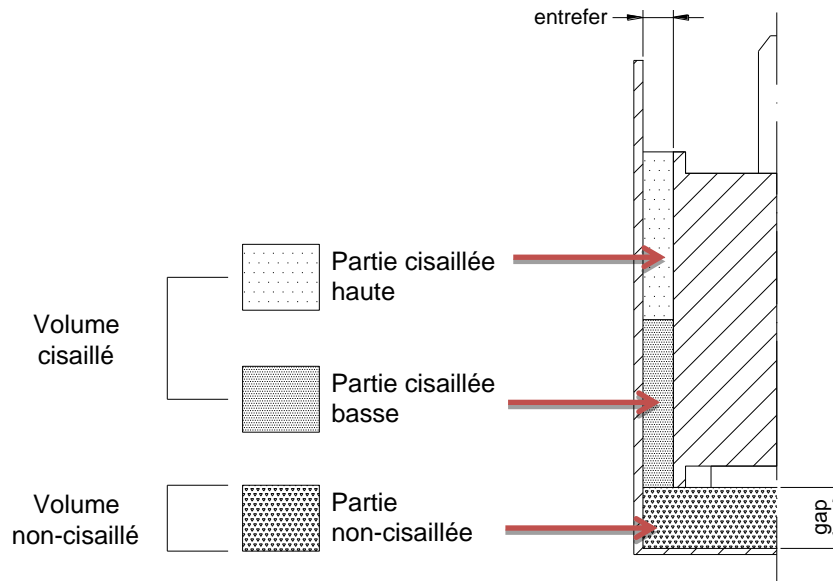


Figure 3- 11: Désignation des différents volumes de coulis prélevés dans le rhéomètre pour la mesure de la masse volumique.

Il faut souligner que la mesure de la masse volumique des coulis cimentaires est une procédure lourde qui demande pour chaque valeur un essai indépendant. Ainsi, la caractérisation de la ségrégation d'un coulis donné pour les 5 moments et pour les deux valeurs de gap nécessite $4 \times 2 = 8$ gâchées indépendantes. Malgré sa lourdeur, cette caractérisation est très efficace pour suivre et quantifier tous les phénomènes qui ont lieu pendant la caractérisation rhéométrique.

3.4. Caractérisation de la ségrégation statique des coulis cimentaires

Nous rappelons que la caractérisation de la ségrégation des coulis sous l'action de la gravité (sans cisaillement), se base sur les mesures de la masse volumique du coulis au repos dans des tubes de 55 mm de haut (voir §2.3.4 dans le chapitre précédent). Les mesures ont été effectuées lors de la mise en place du coulis dans le tube (8,5 min après le début du malaxage) et tous les 10 minutes jusqu'à une heure. Elles ont concerné les deux parties de 15 ml (haute et basse) du tube par prélèvement avec une seringue graduée de la même façon que les mesures de masses volumiques effectuées lors des essais rhéométriques.

Les résultats obtenus sont représentés par deux courbes qui tracent la variation de la masse volumique de la partie haute et partie basse au cours de 60 min et éventuellement celle de la couche dense précipitée au fond du tube.

3.5. Validation de la méthodologie de caractérisation de la ségrégation des coulis cimentaires

Dans les paragraphes précédents, nous avons présenté la méthodologie de caractérisation de la ségrégabilité des coulis qui combine un protocole spécifique pour la caractérisation rhéométrique des coulis, des mesures de masse volumique au cours de ce protocole et des mesures de masse volumique au repos.

Afin de valider cette méthodologie, nous avons proposé une approche qui est basée sur une caractérisation de deux coulis : un coulis stable à base de ciment et d'eau de rapport $E/C = 0,35$ sans adjuvant et un coulis ségrégatif de rapport $E/C = 0,45$ avec addition de 1% d'adjuvant superplastifiant SP1. Il faut remarquer que le dosage en superplastifiant du coulis ségrégatif dépasse la saturation, en plus, lors de l'étalement le coulis présente un liseré blanchâtre très marqué à la périphérie de la galette. Nous avons en premier lieu caractérisé le potentiel de ségrégation des deux coulis au repos et ensuite dans le rhéomètre sous cisaillement.

3.5.1. Potentiel de ségrégation au repos

La Figure 3- 12 présente la variation de la masse volumique de la partie haute et celle de la partie basse du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant. Nous constatons que la masse volumique du coulis ne varie pas significativement au cours de l'expérimentation. De plus, la partie haute et la partie basse présentent quasiment les mêmes valeurs de masse volumique à 0,3% près, indiquant ainsi que le coulis au repos reste stable pendant toute la durée de l'essai.

En revanche, la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,45 fortement adjuvanté (Figure 3- 13) varie significativement au cours de l'essai. La masse volumique de la partie haute du coulis diminue régulièrement et ses valeurs sont systématiquement plus faibles que celles de la partie basse. Par ailleurs, nous constatons que le coulis forme après quelques minutes une couche superficielle plus claire que le coulis initial, riche en eau et en même temps une couche sombre riche en grains de ciment précipite au fond du tube. L'épaisseur de cette couche précipitée augmente progressivement en fonction du temps (Figure 3- 14). Après 60 minutes, la masse volumique de la partie haute présente une masse volumique d'environ 17% plus faible que celle mesurée initialement. Alors que la masse volumique de la couche précipitée augmente rapidement dès les premières minutes et atteint la valeur maximale après 20 minutes.

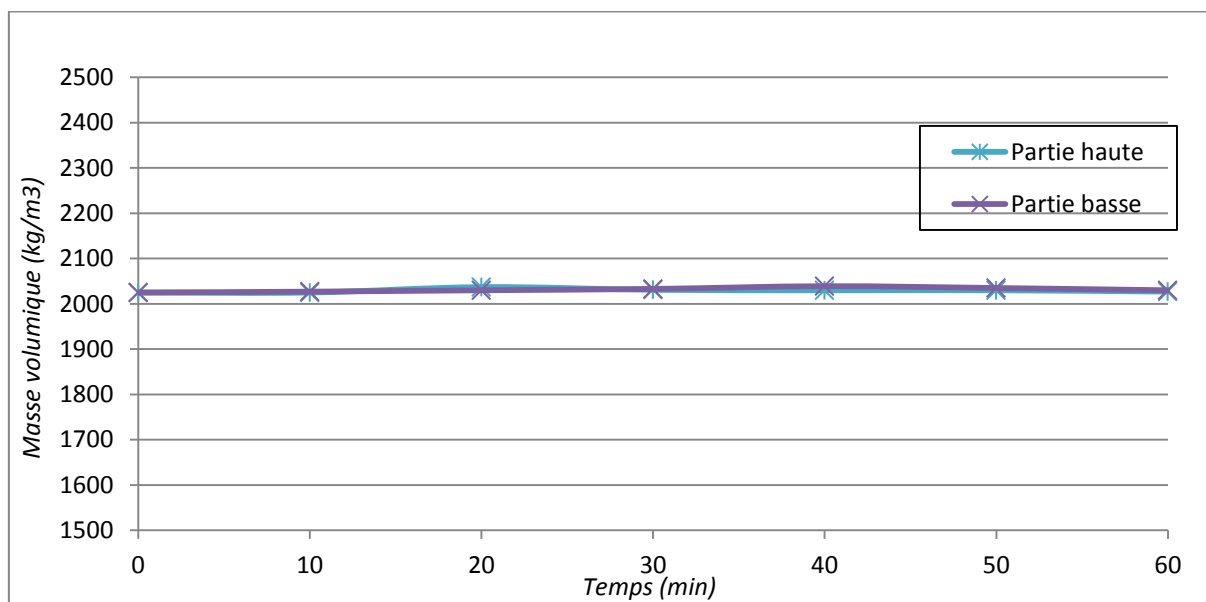


Figure 3- 12 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant au repos en fonction du temps

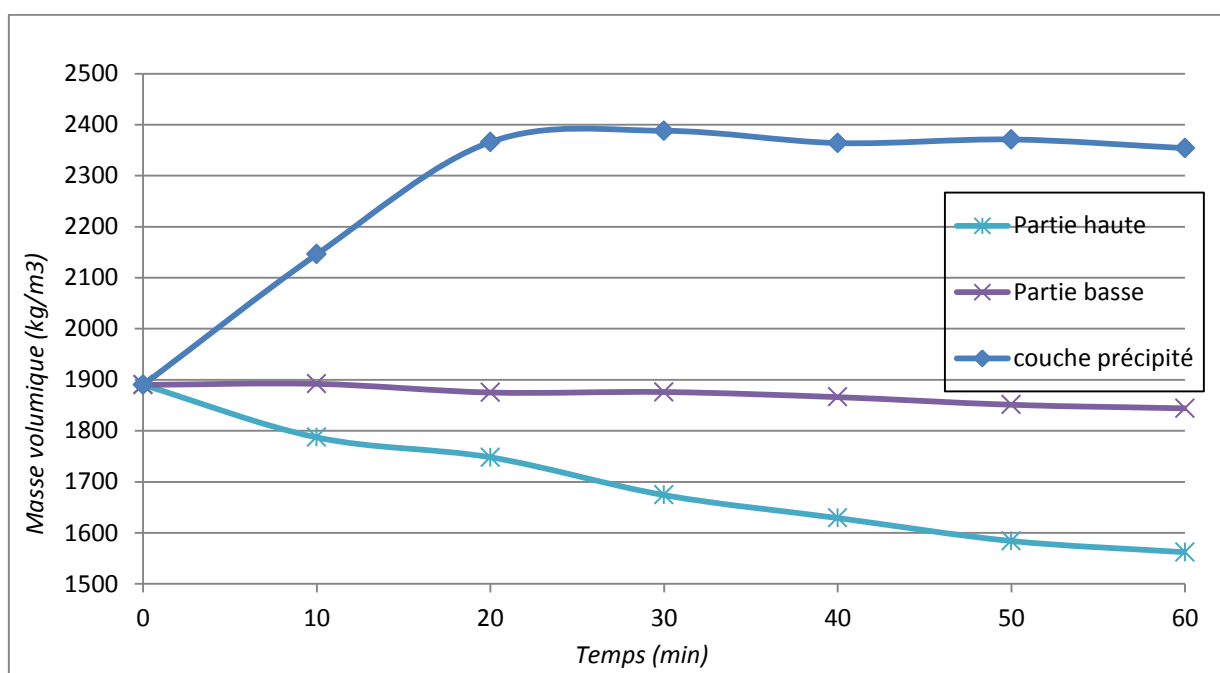


Figure 3- 13 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1 en fonction du temps au repos

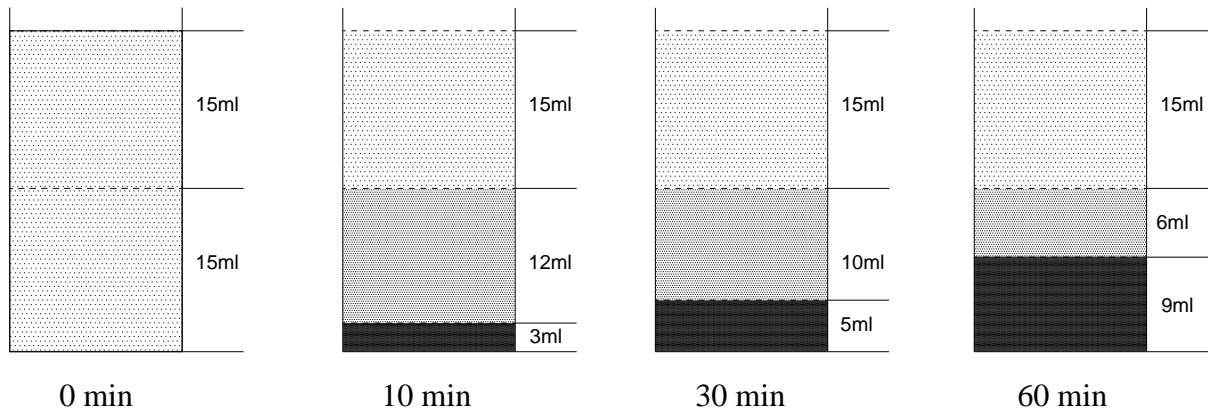


Figure 3- 14 : Evolution de la ségrégation du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1
au repos

3.5.2. Potentiel de ségrégation sous cisaillement

3.5.2.1. Variation de la masse volumique au cours de la caractérisation rhéométrique

Les deux coulis étudiés sont caractérisés selon le protocole d'essai rhéométrique défini précédemment (Figure 3-2 et Figure 3- 10) pour les deux gaps de 1mm et de 10 mm. Les courbes qui présentent la variation de la masse volumique de la partie cisailée haute (MV1) et celle de la partie cisailée basse (MV2) sont ensuite tracées pour chaque coulis et pour chaque gap.

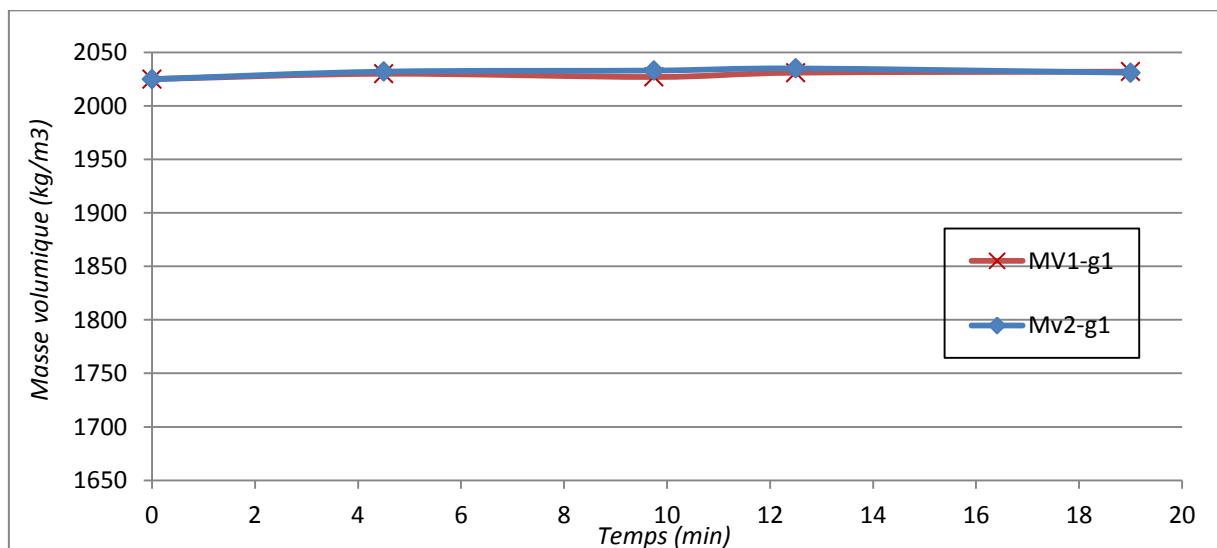


Figure 3- 15 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant
en fonction du temps pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 1mm

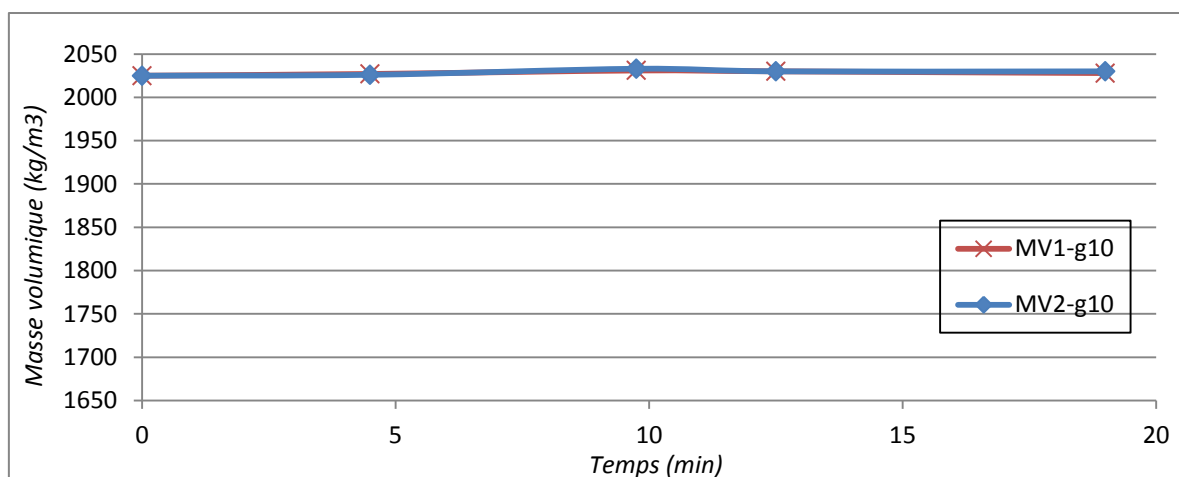


Figure 3- 16 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant en fonction du temps pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 10mm

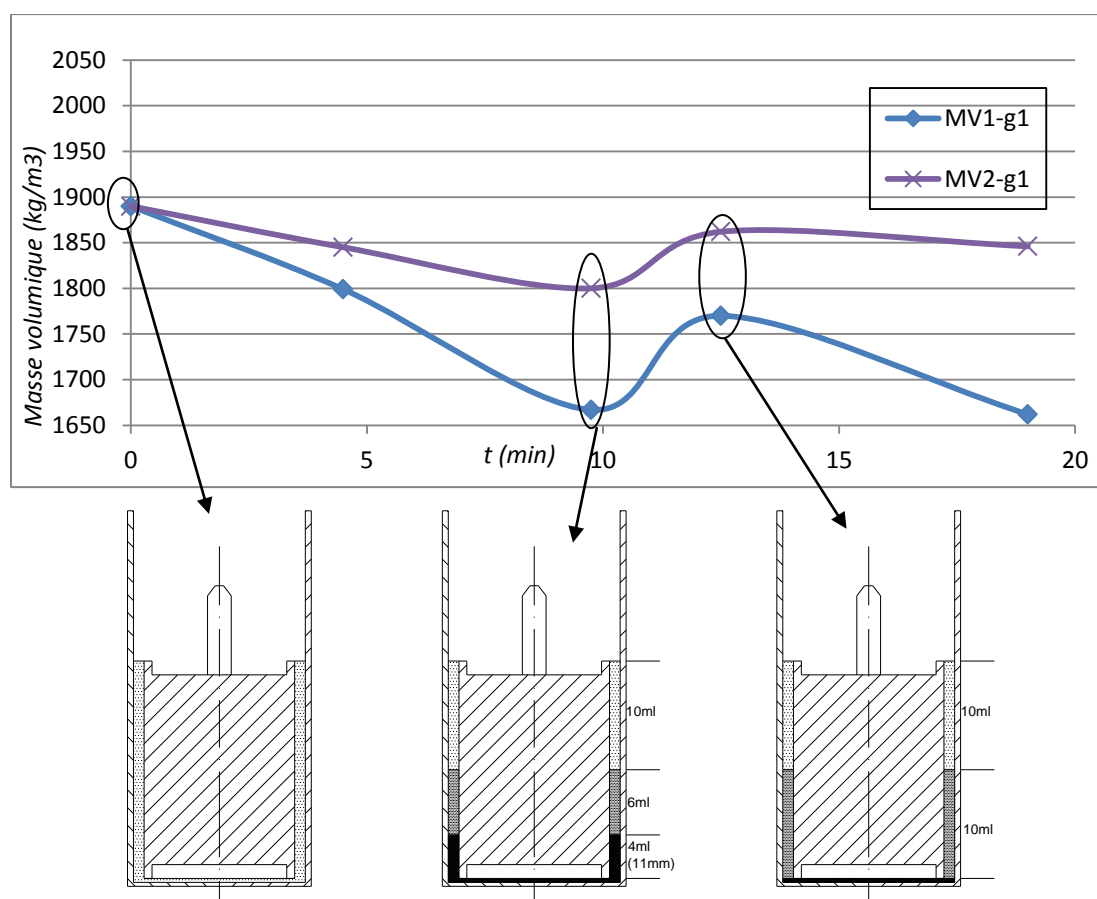


Figure 3-17 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1 et évolution de l'état du coulis pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 1mm

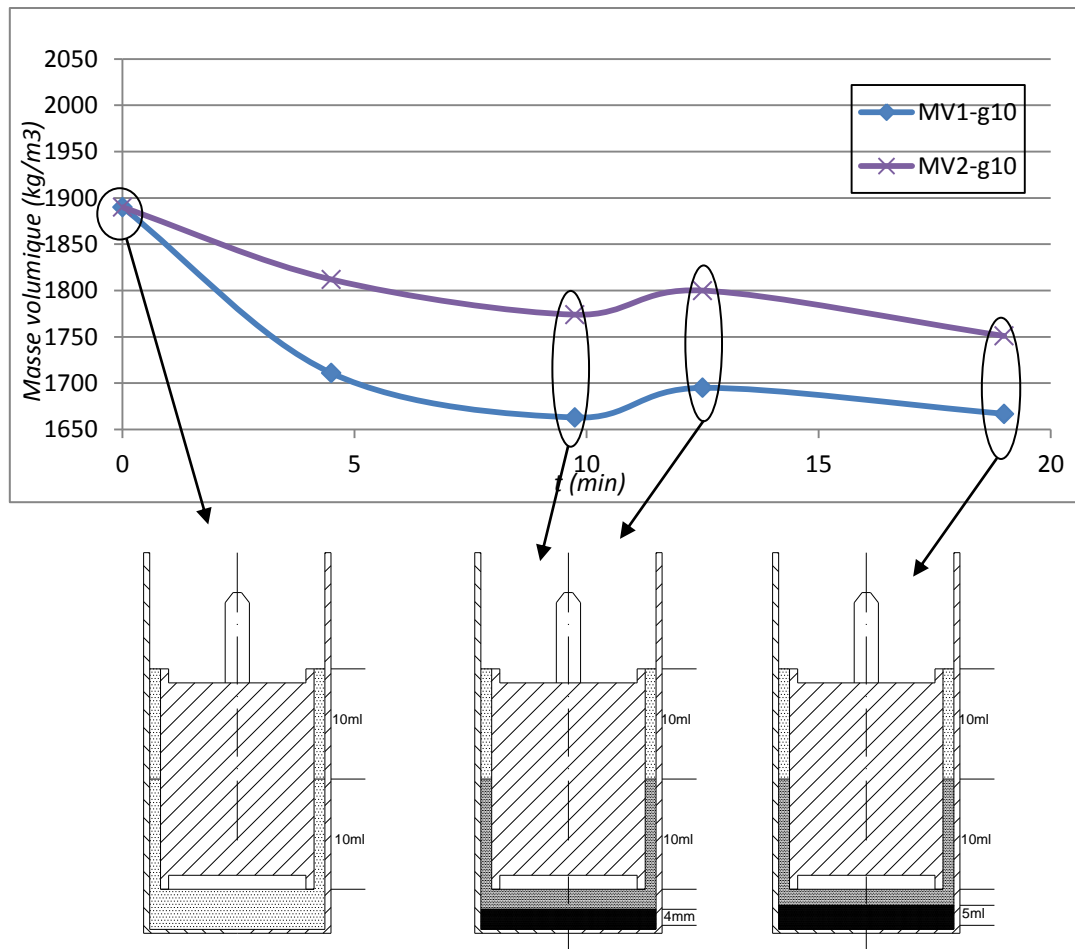


Figure 3-18 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1 et évolution de l'état du coulis pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 10mm

Comme le montrent les Figure 3- 15 et Figure 3- 16, la masse volumique du coulis sans adjuvant de rapport E/C 0,35 reste quasi constante au cours des différentes étapes de cisaillement aussi bien pour la partie haute que pour la partie basse du volume cisailé. De plus, l'écart de masse volumique pour les deux parties et les deux gaps de 1mm et de 10mm est très faible ($< 1\%$). Ceci montre que le coulis sans adjuvant reste stable sous cisaillement et que les mesures rhéométriques à des différents gaps ne modifient pas le caractère stable du coulis.

Contrairement au coulis sans adjuvant, le coulis de rapport E/C 0,45 adjuvanté avec 1% de SP1 présente une variation significative de la masse volumique au cours des différents cycles de cisaillement. La masse volumique de la partie haute du volume cisailé (MV1) est systématiquement plus faible que celle de la partie basse pour les gaps 1mm et 10mm (Figure 3-17 et Figure 3-18). On peut dire que la ségrégation est plus prononcée dans la partie haute du volume cisailé du coulis. Cette partie est la plus représentative du phénomène de ségrégation et sera utilisée par la suite pour évaluer le potentiel de ségrégation des coulis.

Nous constatons aussi que la masse volumique du coulis diminue très rapidement dès le premier palier de pré-cisaillement et continue à diminuer au cours des paliers suivants du premier cycle. Elle remonte lors du deuxième palier de pré-cisaillement plus particulièrement dans le cas de la mesure à gap 1mm. Cette augmentation ponctuelle de la masse volumique du coulis résulte d'un remaniement du coulis dans le rhéomètre à cause du très fort taux de cisaillement (500 s^{-1}) ce qui entraîne des comportements rhéologiques particuliers du coulis ségrégatif comme il sera démontré par la suite.

Au cours de l'essai rhéométrique, il y a une densification du coulis au fond du rhéomètre en même temps qu'une élution des grains dans la partie haute de la partie cisailée. Cette précipitation forme une couche dense de grains de ciment qui précipite au fond du rhéomètre, L'épaisseur de cette couche dense augmente progressivement jusqu'à la fin du premier cycle (Figure 3-17 et Figure 3-18). Ce processus relatif à la ségrégation du coulis sous cisaillement n'est que partiellement interrompu par un pré-cisaillement à très fort taux au début du deuxième cycle qui entraîne le remaniement du coulis dont une partie de la couche précipitée, dans le cas de mesure avec le gap de 1mm (Figure 3-17). Dans le cas de la mesure avec le gap de 10 mm, le volume non cisailé du coulis dans le rhéomètre devient plus important et, par conséquent, la ségrégation des grains de ciment vers le fond du rhéomètre est facilitée. En raison de la valeur de gap élevée cette couche dense est peu perturbée par le remaniement du coulis dans le volume cisailé du rhéomètre au cours du deuxième cycle de pré-cisaillement à 500 s^{-1} . L'augmentation de la masse volumique au cours du deuxième pré-cisaillement est beaucoup plus atténuée (Figure 3-18).

La comparaison de la variation de masse volumique de la partie haute du volume cisailé du coulis pour deux gaps (1mm et 10mm) permet de constater (Figure 3-19) que pendant chaque cycle la masse volumique mesurée avec le gap de 1mm est en générale plus importante que celle mesurée avec le gap de 10mm. Ceci montre que la ségrégation du coulis est plus prononcée dans le cas de mesure à gap 10mm car le volume important du coulis non-cisailé au fond du rhéomètre favorise la précipitation des grains de ciment.

Nous constatons également que la diminution de la masse volumique dans la partie haute du volume cisailé dans le rhéomètre à la fin de chaque cycle est indépendante du gap (Figure 3-19). Ceci montre que la ségrégation du coulis pendant un cycle de l'essai rhéométrique atteint un seuil maximal indépendant du volume relatif de la phase non cisailée.

Si nous comparons maintenant cette diminution maximale de la masse volumique à la fin de chaque cycle rhéométrique avec la diminution de la masse volumique dans la partie haute du coulis au repos (Figure 3- 13), nous pouvons constater que la ségrégation du coulis à la fin

du premier cycle (9,5 min après la mise en place du coulis dans le rhéomètre) correspond à environ 40 min de ségrégation statique du coulis dans un tube au repos. Ceci montre que le cisaillement dans le rhéomètre accélère la précipitation des grains de ciment de plus de trois fois.

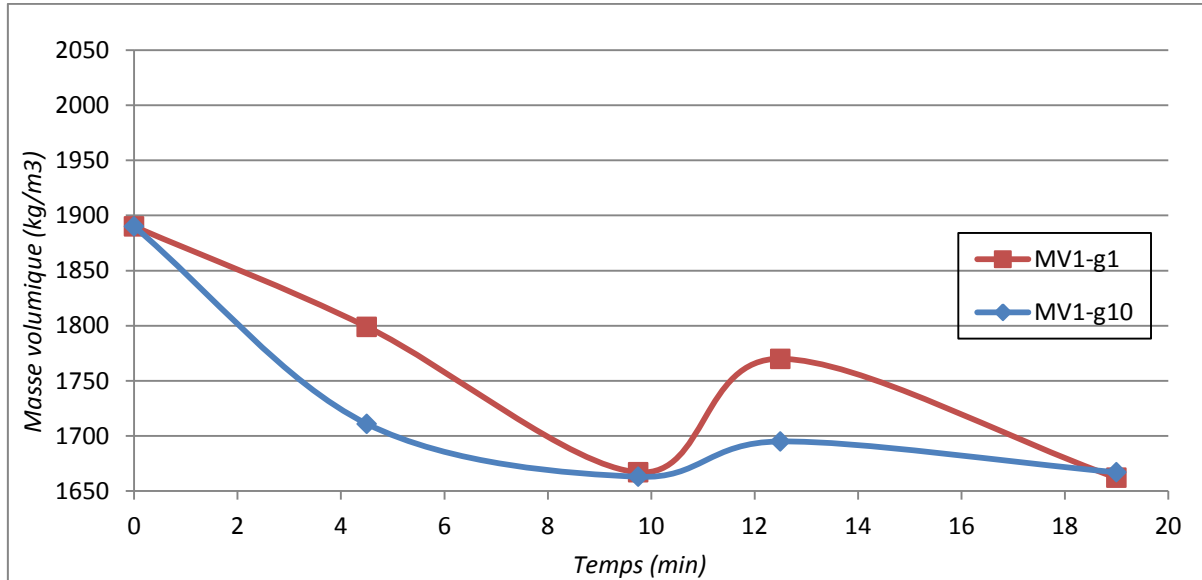


Figure 3-19 : Influence du gap sur la variation de masse volumique de la partie haute du volume cisailé (MV1) du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1% de SP1

Il est important de noter aussi qu'à 35 min la diminution de la masse volumique de la partie haute du coulis au repos n'est pas finie, elle continue de manière linéaire jusqu'à 60 min et probablement au-delà (Figure 3- 13). C'est-à-dire qu'au cours d'un cycle d'essais rhéométrique, le coulis n'a pas atteint son potentiel de ségrégation maximal, néanmoins la ségrégation caractérisée est suffisamment importante pour discriminer sans ambiguïté un coulis ségrégatif d'un coulis non ségrégatif.

Nous voulons signaler aussi que des essais complémentaires avaient démontré que si nous prolongeons l'essai rhéométrique d'un troisième cycle identique aux précédents la variation de la masse volumique suit exactement celle observée au cours du deuxième cycle.

3.5.2.2. Variation de la contrainte de cisaillement au cours de l'essai rhéométrique

Les Figure 3-20 et Figure 3-21 montrent la variation de la contrainte de cisaillement des deux coulis lors des différentes étapes du protocole de caractérisation pour les deux gaps étudiés.

La comparaison du comportement rhéologique des deux coulis permet de constater, en premier lieu, que le coulis stable à rapport E/C 0,35 et sans adjuvant présente des valeurs de contrainte de cisaillement très similaires pour le gap de 1 mm et de 10 mm tout le long du protocole de caractérisation rhéométrique. Alors que la contrainte de cisaillement pour gap de 1 mm est significativement plus importante que celle pour gap de 10 mm dans le cas du coulis ségrégatif à rapport E/C 0,45 et adjuvanté avec 1% de superplastifiant SP1. C'est-à-dire le comportement rhéologique du coulis stable est indépendant du gap, tandis que celui du coulis ségrégatif est fortement influencé par la hauteur du gap.

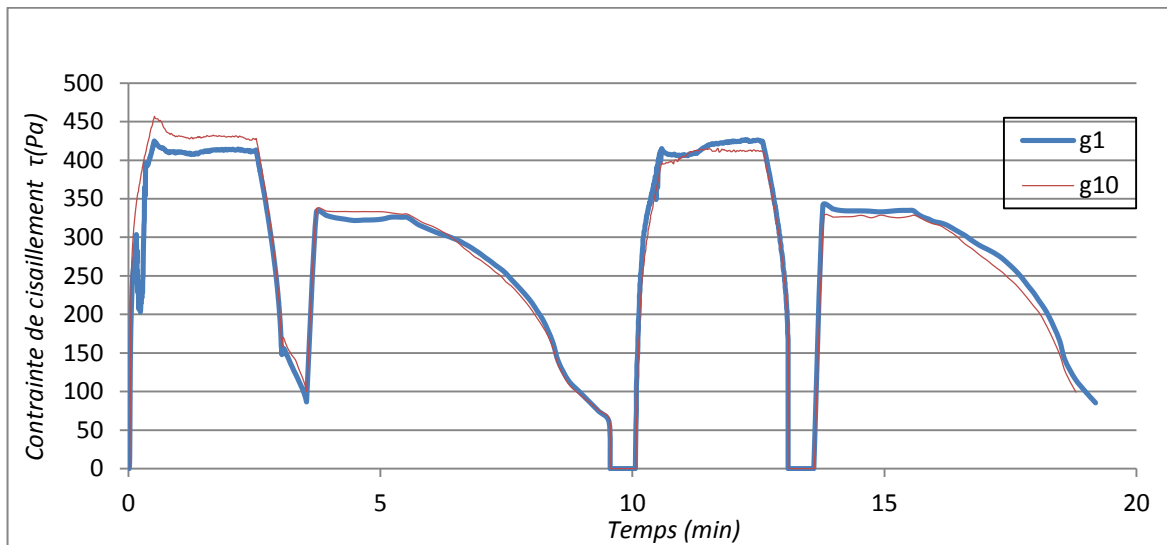


Figure 3-20 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 sans adjuvant au cours de l'essai rhéométrique.

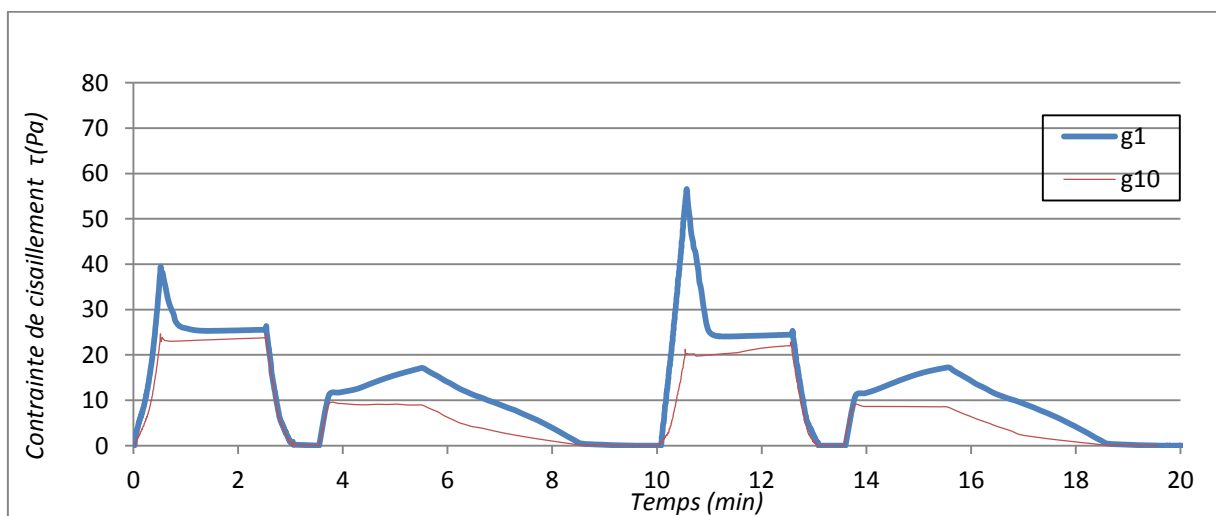


Figure 3-21 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1% de SP1 au cours de l'essai rhéométrique.

Une étude plus détaillée de la variation de la contrainte de cisaillement des deux coulis obtenue avec le gap de 1 mm, permet de constater que, lors du deuxième palier de pré-cisaillement à 500 s^{-1} , la contrainte de cisaillement du coulis adjuvanté présente un pic important avant de stabiliser à une valeur quasi constante, alors que la contrainte de cisaillement du coulis non-adjuvanté au même palier suit une variation beaucoup plus régulière. Le pic de contrainte apparaît aussi au premier palier de pré-cisaillement du coulis adjuvanté mais sa valeur est beaucoup plus faible que celle au deuxième. Aucun pic n'est observé sur les paliers à 300 s^{-1} mais plutôt une augmentation régulière de la contrainte de cisaillement.

Il faut constater également que, lors de la mesure avec le gap de 10 mm, il n'y a quasiment pas de pic de contrainte au palier de pré-cisaillement à 500 s^{-1} et que la contrainte de cisaillement est quasiment constante au palier à 300 s^{-1} pour tous les deux cycles.

La différence de comportement entre le coulis adjuvanté et celui non adjuvanté peut facilement être expliquée si l'on tient compte du phénomène de ségrégation dans le rhéomètre caractérisée par la variation de masse volumique étudiée précédemment. En effet, la ségrégation du coulis adjuvanté commence dès sa mise en place dans le rhéomètre et continue au cours des différentes phases du premier cycle du protocole. La concentration volumique de grains de ciment augmente vers le bas. Lorsque le gap est de 1 mm, ce phénomène engendre la formation d'une couche dense précipitée au fond du récipient fixe qui atteint la hauteur maximale à la fin du cycle et qui occupe tout le volume non cisailé et environ 40% de la partie basse du volume cisailé (Figure 3-18). Lors du deuxième palier de pré-cisaillement à 500 s^{-1} , en raison du faible gap dans le rhéomètre (1 mm) la ségrégation est perturbée par le fort taux de cisaillement, car, une partie de cette couche dense ségrégée est « remaniée » dans la partie cisailée du coulis probablement en raison d'un écoulement non laminaire du coulis à ce taux de cisaillement très élevé. Ce remaniement partiel de la phase ségrégée se traduit par une certaine augmentation de la masse volumique dans tout le volume cisailé et aussi par une augmentation momentanée de la contrainte de cisaillement formant un pic de contrainte. Le petit pic de contrainte au début du premier palier de pré-cisaillement est expliqué par la ségrégation statique du coulis qui se produit pendant la mise en place du coulis dans le rhéomètre (90 secondes) avant le commencement du protocole. A plus faible taux de cisaillement, lors des paliers à 300 s^{-1} , le remaniement des grains de ciment ne peut pas se produire. Il se produit plutôt une augmentation des frictions dans la partie basse du volume cisailé à cause de la couche ségrégée qui s'exprime par une augmentation régulière de la contrainte de cisaillement. Ces comportements rhéologiques ne sont pas observés pour le gap

de 10 mm parce que le volume non-cisaillé du coulis dans le rhéomètre est, dans ce cas, plus important et par conséquent toute la couche dense ségrège dans le volume non-cisaillé où elle n'est que très peu perturbée par le remaniement du volume cisaillé du coulis lors des paliers de pré-cisaillement.

3.5.2.3. Comportement rhéologique du coulis au cours des différents cycles.

Etant donné que le gap joue un rôle aussi important sur le comportement rhéologique, dans le cas du coulis ségrégatif, nous avons tracé des courbes d'écoulement des coulis correspondant à des phases décroissantes du premier cycle du protocole avec le gap de 1 mm et de 10 mm (Figure 3-22 et Figure 3-23).

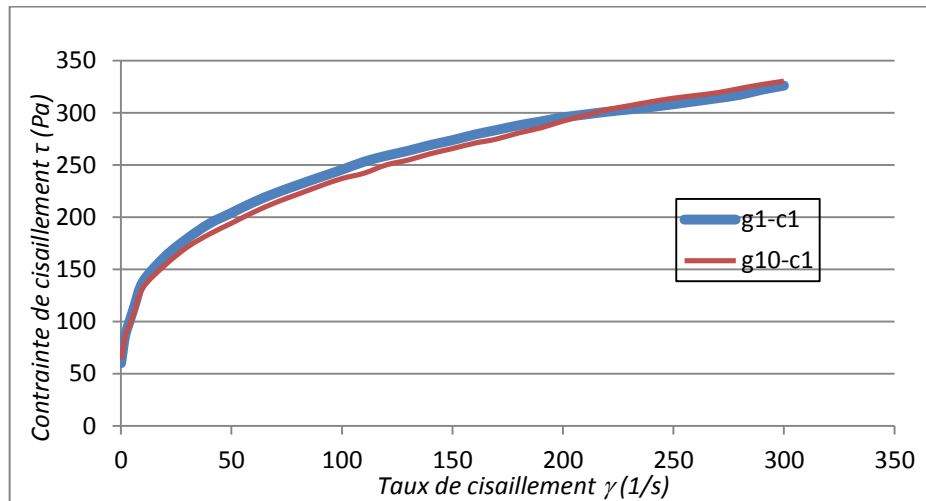


Figure 3-22 : Courbe d'écoulement du coulis stable au premier cycle pour les deux gaps

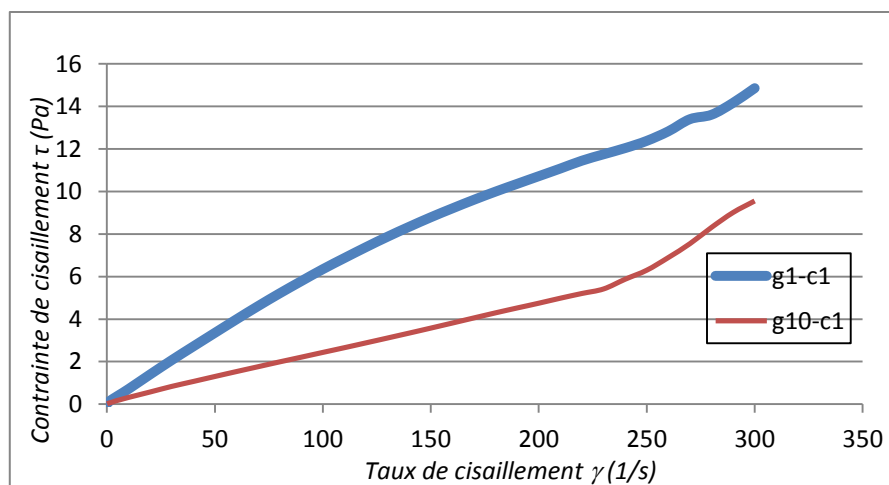


Figure 3-23 : Courbe d'écoulement du coulis ségrégatif au premier cycle pour deux gaps

Nous constatons en premier lieu que le comportement du coulis stable est indépendant du gap. Il suit un comportement fortement rhéofluidifiant à seuil. Le modèle Herschel-Bulkley peut être appliqué pour décrire ce type de coulis. En revanche, le gap a une influence significative sur les courbes d'écoulement du coulis ségrégatif. Avec le gap de 1 mm, le coulis ségrégatif présente une viscosité apparente supérieure à celle observée avec le gap de 10 mm à cause des différences dans le processus de ségrégation évoquées précédemment. En effet, lorsque le gap est de 1 mm, une partie de la couche dense ségrégée se trouve dans la partie cisailée du coulis ce qui n'est pas le cas lorsque le gap est de 10 mm. Le coulis ségrégatif caractérisé avec le gap de 1 mm présente alors une plus forte viscosité apparente que le même coulis caractérisé avec le gap de 10 mm surtout pour les faibles taux de cisaillement correspondant à la fin du cycle, où la ségrégation progresse de manière plus importante avec le gap de 1 mm (Figure 3-19). A cause des différences du processus de ségrégation du coulis dans le rhéomètre en fonction du gap, le comportement rhéologique du coulis caractérisé avec le gap de 1 mm semble faiblement rhéofluidifiant alors que le comportement du même coulis caractérisé avec le gap de 10 mm ressemble à un comportement rhéoépaississant. Cette différence de comportement rhéologique apparent du coulis en fonction du gap, intimement liée avec le processus de ségrégation dans le rhéomètre sous l'action combinée de la gravité et du cisaillement, constitue un critère que nous allons exploiter par la suite pour évaluer le potentiel ségrégatif des différents coulis.

Notons par ailleurs que indépendamment du gap, le coulis ségrégatif présente un seuil de cisaillement quasiment nul en raison de son rapport E/C élevé (0,45) et de la forte dispersion des grains de ciment par le superplastifiant (1% SP1) en excès.

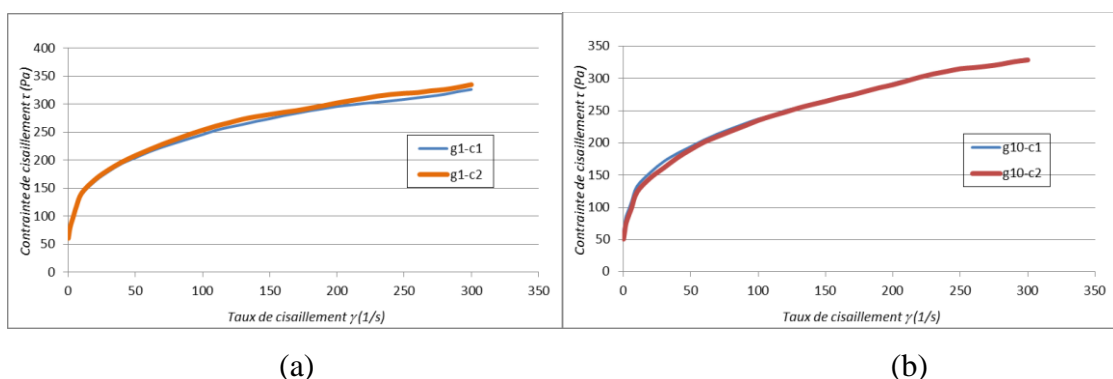


Figure 3- 24 : Courbe d'écoulement du coulis stable lors de deux cycles de cisaillement avec
(a) un gap de 1 mm et (b) un gap de 10 mm

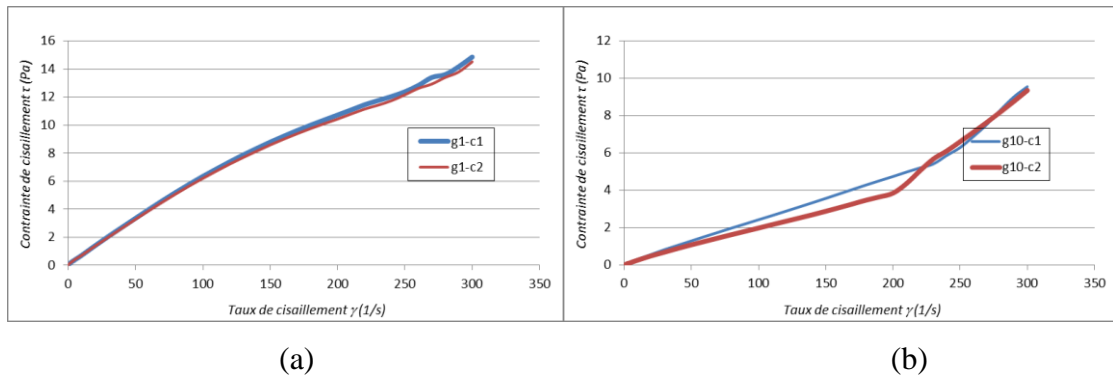


Figure 3- 25 : Courbe d'écoulement du coulis ségrégatif lors de deux cycles de cisaillement avec (a) un gap de 1 mm et (b) un gap de 10 mm

Des informations complémentaires du rôle qui joue la ségrégation sur le comportement rhéologique des coulis cimentaires nous procurent la comparaison des courbes d'écoulement obtenues lors de la phase descendante de chaque cycle du protocole.

En effet, cette comparaison entre le premier cycle (c1) et le deuxième cycle (c2) permet de constater que les valeurs de contrainte de cisaillement mesurées sur le coulis stable sont indépendantes du cycle. Ce qui confirme la stabilité du coulis tout le long de l'expérimentation ainsi que la faible influence du processus d'hydratation pendant la durée du protocole.

Dans le cas du coulis ségrégatif en revanche, bien que l'allure globale de la courbe d'écoulement soit similaire pour les deux cycles, les valeurs de la contrainte de cisaillement du deuxième cycle sont généralement plus faibles que celles du premier cycle, car le remaniement du coulis lors du deuxième pré-cisaillement est partiel et le coulis n'atteint pas son état lors du premier pré-cisaillement très proche du début du protocole ou le coulis est relativement homogène. Le coulis présente donc une ségrégation plus importante au début de la deuxième phase descendante qu'au début de la première. Cette différence d'état du coulis au début de la caractérisation rhéologique se trouve beaucoup plus prononcée avec le gap de 10 mm qui atténue la capacité de remaniement du coulis ségrégué au cours du pré-cisaillement du second cycle.

Notons enfin que le comportement du coulis ségrégatif caractérisé avec le gap de 10 mm qui semble être du type rhéoépaississant (la viscosité augmente lorsque le taux de cisaillement augmente), présente avec un point d'inflexion au milieu de la courbe d'écoulement. Nous pensons que ce point d'inflexion correspond à un changement de régime dans le processus de ségrégation en fonction du taux de cisaillement. A faibles taux de cisaillement la ségrégation dans le rhéomètre est essentiellement due à la gravité et peu au cisaillement alors qu'à fort

taux de cisaillement la ségrégation induite par le cisaillement est beaucoup plus importante. Nous étudions plus en détail ces phénomènes particuliers dans le chapitre suivant.

3.6. Synthèse

Un protocole de caractérisation rhéométrique spécifique a été mis au point afin d'évaluer le potentiel de ségrégation des coulis cimentaires. Ce protocole se base sur un essai rhéométrique comportant deux cycles identiques composés chacun d'un palier de pré-cisaillement à fort taux de cisaillement (500 s^{-1}) suivi d'un palier à moyen taux de cisaillement (300 s^{-1}) et une phase descendante de 35 paliers jusqu'au repos. L'essai rhéométrique est appliqué sur le coulis à caractériser avec un gap de 1 mm et avec un gap de 10 mm en effectuant deux essais indépendants. Ce protocole de caractérisation rhéométrique a été complété par cinq mesures de masse volumique concernant les deux moitiés du volume cisailé du coulis dans le rhéomètre (partie haute et partie basse) permettant de caractériser directement la ségrégation à des moments caractéristiques des différentes phases du protocole.

Ce protocole a été appliqué avec succès sur deux coulis cimentaires : un coulis stable et un coulis ségrégatif. Il a été démontré que le coulis ségrégatif présente un comportement rhéologique particulier qui se caractérise en premier lieu par des pics de contrainte de cisaillement lors des paliers de pré-cisaillement dont l'intensité dépend du gap. Il se caractérise aussi par des courbes d'écoulement différentes en fonction du gap et en fonction du cycle. Alors que le coulis stable ne présente aucune de ces particularités.

Nous allons démontrer dans la suite que certaines grandeurs du comportement rhéologique sont fortement corrélées avec la diminution de la fraction solide dans la partie haute du volume de coulis cisailé dans le rhéomètre. Ce qui permet de quantifier la ségrégation par rhéométrie sans passer par des mesures de masse volumique et déterminer ainsi l'influence des principaux paramètres de composition du coulis cimentaire sur le phénomène.

CHAPITRE 4 :**ÉTUDE DE LA SÉGRÉGABILITÉ DES COULIS CIMENTAIRES SOUS
CISAILLEMENT EN FONCTION DU RAPPORT E/C ET DU DOSAGE
EN SUPERPLASTIFIANT ET DÉFINITION D'UN CRITÈRE
RHÉOMÉTRIQUE DE SÉGRÉGABILITÉ****4.1 Introduction**

Dans le chapitre précédent nous avons mis au point une méthodologie permettant de caractériser le potentiel de ségrégation des coulis cimentaires au cours des essais rhéométriques. Ce protocole a été validé sur deux coulis, un coulis stable et un coulis ségrégatif. Dans ce chapitre, nous élargissons notre investigation sur la ségrégabilité dans un vaste champ de coulis dont le rapport E/C varie de 0,35 à 0,50 et le dosage en superplastifiant varie de 0% à 1%. Cette multitude de résultats nous permet d'étudier les aspects quantitatifs de la ségrégation tant sur le comportement rhéologique que sur la masse volumique dans la partie haute du volume cisailé et définir ainsi un critère de ségrégabilité basé uniquement sur les mesures rhéométriques.

4.2 Relation entre la masse volumique et la fraction volumique solide

En considérant le coulis cimentaire comme une suspension de grains solides dans une phase aqueuse, il est courant en rhéologie d'exprimer la densité du milieu en terme de fraction volumique solide plutôt que de masse volumique. La fraction volumique du ciment dans la suspension permet de mieux rendre compte du comportement rhéologique dans la mesure où elle influe directement sur la viscosité. Plusieurs relations sont proposées dans la littérature déterminant la viscosité en fonction de la fraction volumique solide d'une suspension. Nous avons donc traduit nos mesures de masse volumique du coulis dans les différentes parties du rhéomètre (ou dans les différentes parties du tube d'essai statique) en fraction volumique solide en supposant que la teneur en air du coulis est négligeable. Dans ces conditions la fraction volumique en ciment, ϕ , est reliée au rapport massique E/C par l'équation suivante.

$$\phi = \frac{V_c}{V_c + V_E} = \frac{\frac{C}{\rho_C}}{\frac{C}{\rho_C} + \frac{E}{\rho_E}} = \frac{1}{1 + \frac{\rho_C}{\rho_E} \frac{E}{C}} \quad (Eq 4. 1)$$

Où V_c et ρ_c sont respectivement le volume absolu et la masse volumique absolue du ciment
 V_e et ρ_e sont respectivement le volume et la masse volumique de l'eau

Par ailleurs, la masse volumique du coulis, ρ_{cl} , est déterminé par la relation suivante :

$$\rho_{cl} = \frac{E + C}{V_E + V_C} = \frac{E + C}{\frac{E}{\rho_E} + \frac{C}{\rho_C}} = \frac{\frac{E}{C} + 1}{\frac{E}{C} \frac{1}{\rho_E} + \frac{1}{\rho_C}} \quad (Eq 4. 2)$$

On peut déduire par la relation précédente que :

$$\frac{E}{C} = \frac{1 - \frac{\rho_{cl}}{\rho_C}}{\frac{\rho_{cl}}{\rho_E} - 1} = \frac{\rho_E(\rho_C - \rho_{cl})}{\rho_C(\rho_{cl} - \rho_E)} \quad (Eq 4. 3)$$

En remplaçant l'équation 4.3 dans l'équation 4.1, nous obtenons la relation entre fraction volumique solide et la masse volumique :

$$\phi = \frac{1}{1 + \frac{\rho_C}{\rho_E} \frac{E}{C}} = \frac{\rho_{cl} - \rho_E}{\rho_C - \rho_E} \quad (Eq 4. 4)$$

Avec l'équation 4.4 toute mesure de masse volumique du coulis, ρ_{cl} , peut être traduite directement en fraction volumique ϕ en connaissant la masse volumique du ciment, $\rho_c = 3150 \text{ kg/m}^3$, et la masse volumique de l'eau $\rho_e = 1000 \text{ kg/m}^3$.

Afin de mieux illustrer l'évolution de la ségrégation du coulis au cours de l'expérimentation, nous avons déterminé les variations relatives de la fraction volumique solide, désignées $\Delta\phi$, dans différents intervalles temporels caractéristiques des essais. Pour les essais de ségrégation statique, la variation de la fraction solide de la partie haute du tube est déterminée par la différence entre la fraction volumique solide à un moment donné et celle initiale, par rapport à la fraction volumique solide initiale. Par exemple, la variation de la fraction solide après 60 minutes est déterminée par la formule suivante :

$$\Delta\phi_{0-60} = \frac{\phi_0 - \phi_{60}}{\phi_0} \times 100 \quad (Eq 4. 5)$$

Où ; ϕ_0 est la fraction volumique solide initiale du coulis (à l'issue du malaxage)

ϕ_{60} est la fraction volumique solide à 60 minutes dans la partie haute du tube du coulis (voir chapitre 2 & 2.3.4).

Pour les essais de caractérisation rhéologique au rhéomètre, nous avons déterminé la variation de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé dans des différents intervalles caractéristiques par rapport à la fraction solide initiale. Par exemple, la variation de la fraction solide au cours du premier cycle de cisaillement est présentée par la relation suivant :

$$\Delta\phi_{0-2} = \frac{\phi_0 - \phi_2}{\phi_0} \times 100\% \quad (Eq\ 4.6)$$

Où : ϕ_0 est la fraction volumique solide initiale du coulis (à l'issue du malaxage)

ϕ_2 est la fraction volumique solide au moment du prélèvement numéro 2 correspondant à la fin du premier cycle (Figure 4- 1).

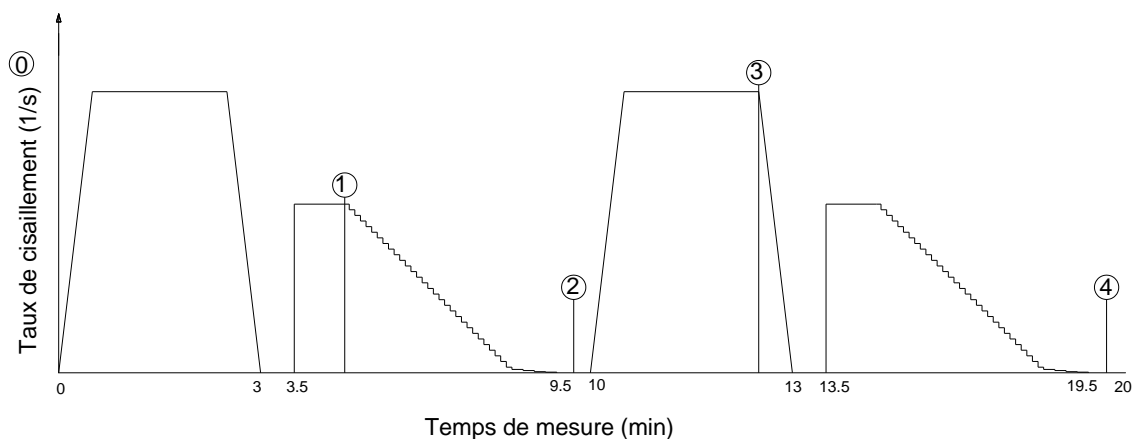


Figure 4- 1 : Protocole de mesure rhéologique et désignation des différents moments de prélèvement du coulis dans le rhéomètre pour la mesure de la masse volumique

4.3 Influence du rapport E/C sur la ségrégation

Afin de mettre en évidence l'influence des paramètres de formulation sur le potentiel de ségrégation des coulis cimentaires et sur son incidence au leur comportement rhéologique, nous avons jugé utile de commencer nos expériences à partir des mélanges cimentaires les plus simples : les coulis composés de ciment et d'eau sans adjuvants. Nous avons donc effectué tout d'abord des mesures expérimentales sur les coulis cimentaires non adjuvés en faisant varier le rapport E/C entre 0,35 et 0,50. Nous avons ensuite effectué des essais sur les coulis à rapport E/C variant de 0,35 à 0,50 adjuvés à un même dosage en superplastifiant

SP1. Les résultats obtenus sont présentés en fonction du rapport E/C ou de la fraction volumique en ciment ϕ .

4.3.1 Coulis sans adjuvant

Le Tableau 4- 1 présente la composition des coulis cimentaires non adjuvés étudiés.

E/C	0,35	0,40	0,45	0,50
ϕ_0	0,476	0,442	0,414	0,388

Tableau 4- 1 : Composition des coulis cimentaires non adjuvés étudiés

4.3.1.1 Ségrégation statique

La Figure 4- 2 présente les valeurs de l'étalement au mini-cône en fonction du rapport E/C. Nous pouvons constater que plus le rapport E/C augmente plus l'étalement augmente. Ceci peut être expliqué par le fait qu'une augmentation du rapport E/C correspondant à une diminution de la concentration volumique en ciment, ϕ_0 , fait agrandir les distances entre les particules et consécutivement réduire le nombre d'interactions et l'intensité des frictions entre les particules cimentaires lors de l'écoulement, entraînant ainsi une diminution rapide du seuil d'écoulement et de la viscosité apparente du coulis. Cela peut être constaté de manière encore plus claire au niveau des caractéristiques rhéologiques présentées dans les paragraphes suivants.

Par ailleurs, les observations visuelle sur les galettes de coulis des essais de l'étalement permet de constater que tous les coulis non adjuvés sont stables et ne présentent aucune ségrégation (Figure 4- 3).

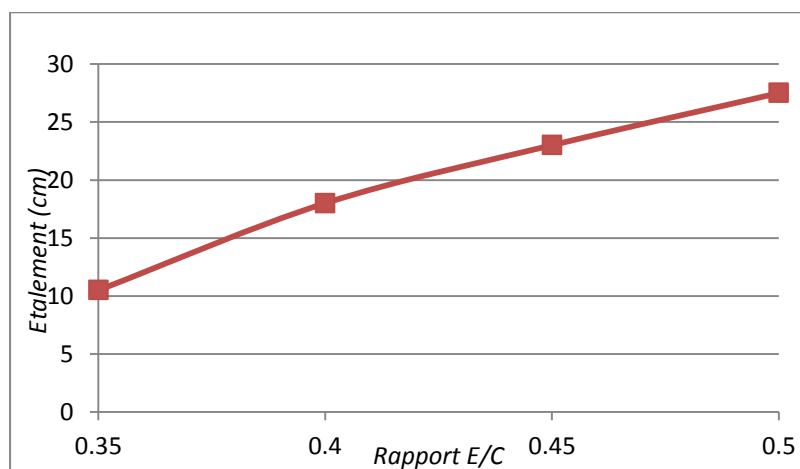


Figure 4- 2 : Variation de l'étalement au mini-cône en fonction du rapport E/C des coulis sans adjuvant



Figure 4- 3 : Essai de l'étalement du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant

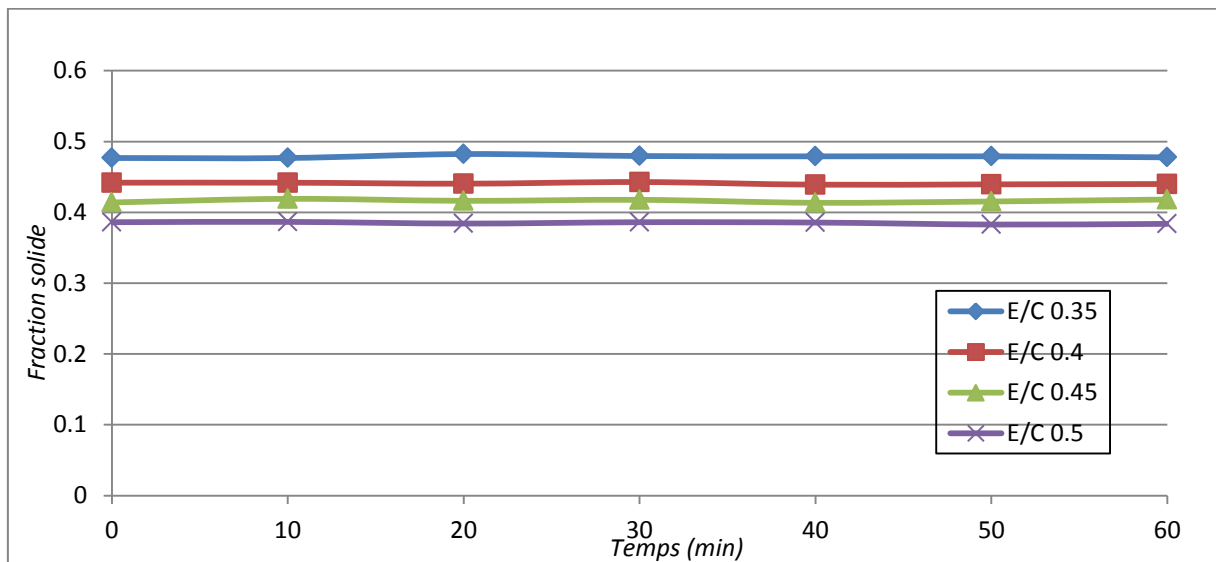


Figure 4- 4 : Evolution de la fraction solide des coulis sans adjuvant dans la partie haute du tube d'essai en fonction du temps de repos

La Figure 4- 4 présente l'évolution de la fraction volumique solide des coulis non adjuvés au cours de 60 minutes d'essai de stabilité au repos dans la partie haute du tube d'essai (voir chapitre 2 & 2.3.4). Nous constatons que la fraction solide des coulis non adjuvés varie très peu au cours de l'expérimentation. En effet, la variation relative de la fraction solide après 60 minutes, $\Delta\phi_{0-60}$, est inférieure à 0,9% dans le cas du coulis de rapport E/C 0,50.

En résumant, les résultats des essais de l'étalement ainsi que des essais de caractérisation de la ségrégation statique montrent clairement que les coulis non adjuvés dont le rapport

E/C est inférieur ou égal à 0,50 (la fraction solide supérieure à 0,38) sont stables à l'état statique et peuvent maintenir leur stabilité au moins une heure après la confection.

4.3.1.2 Ségrégation sous cisaillement

a) Diminution de la fraction solide

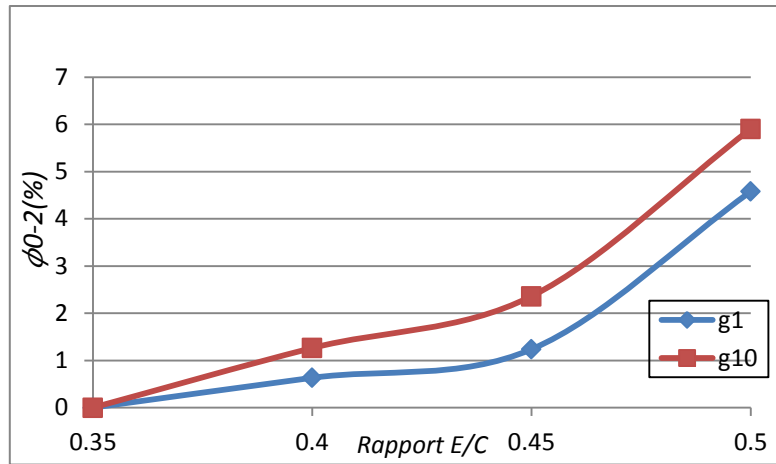
Nous étudions dans cette section la ségrégation pendant la caractérisation rhéologique (ségrégation sous cisaillement) des coulis non adjuvants dont le rapport E/C varie de 0,35 à 0,50. A partir des résultats des mesures de masse volumique dans la partie haute du volume cisailé, nous avons déterminé les valeurs de la variation relative de la fraction solide à la fin du premier cycle de cisaillement (intervalle [0-2], figure 4- 1) par à la relation suivante :

$$\Delta\phi_{0-2} = \frac{\phi_0 - \phi_2}{\phi_0} \times 100\% \quad (\text{Eq 4. 6})$$

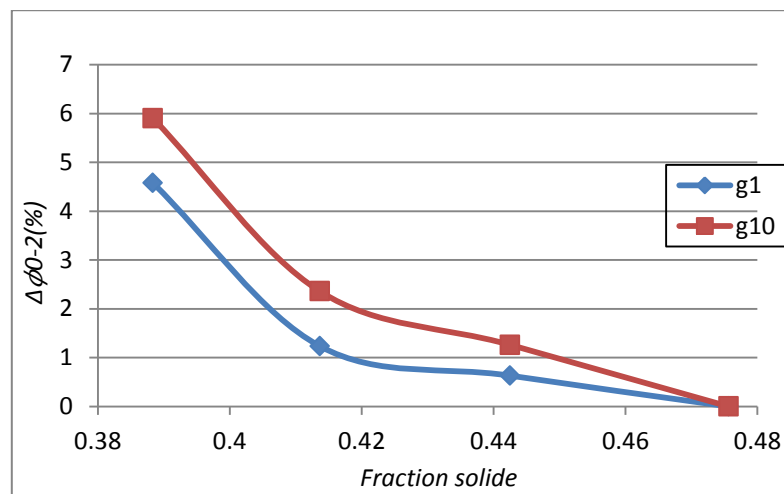
La Figure 4- 5 illustre cette variation de $\Delta\phi_{0-2}$ en fonction (a) du rapport E/C et (b) de la fraction solide initiale pour les deux gaps, 1 mm et 10 mm. Nous constatons, en premier lieu, que la variation relative de la fraction solide, $\Delta\phi_{0-2}$, obtenue avec le gap 10 mm est systématiquement plus importante que celle obtenue avec le gap de 1 mm. L'écart entre les deux gaps augmente progressivement avec le rapport E/C.

Nous constatons, en deuxième lieu, que la $\Delta\phi_{0-2}$ augmente avec rapport E/C quel que soit le gap. La courbe de variation présente une inflexion croissante au-delà du rapport E/C 0,45. En considérant que ce point d'inflexion sépare deux régimes de ségrégation significativement différents, nous pouvons fixer d'ores et déjà un seuil de $\Delta\phi_{0-2}$ de l'ordre de 2,5% capable de distinguer, d'une part, les coulis quasiment stables (lorsque $\Delta\phi_{0-2} < 2,5\%$) et, d'autre part, les coulis ségrégatifs (lorsque $\Delta\phi_{0-2} \geq 2,5\%$). Pour les coulis non adjuvants nous pouvons considérer que la ségrégation commence à être importante lorsque le rapport E/C est supérieur à 0,45 ($\phi_0 < 0,414$).

Il faut remarquer toutefois que les coulis cimentaires non adjuvants à fraction volumique solide initiale supérieure ou égale à 0,414 ($E/C \leq 0,45$), considérés comme quasi stables, présentent une variation $\Delta\phi_{0-2}$ non nulle à l'exception du coulis à fraction volumique solide initiale égale à 0,476 ($E/C = 0,35$) qui est le seul coulis parfaitement stable. Si nous comparons ces valeurs de $\Delta\phi_{0-2}$ avec celles de $\Delta\phi_{0-60}$ obtenues lors des essais statiques, il en ressort que la ségrégation est amplifiée sous cisaillement pour tous les coulis de $\phi_0 < 0,476$.



(a)



(b)

Figure 4- 5 : Diminution de la fraction solide des coulis sans adjuvant dans l'intervalle [0-2] des essais rhéométriques en fonction (a) du rapport E/C et (b) de la fraction solide initiale

b) Variation de la contrainte de cisaillement

Les Figure 4- 6 et Figure 4- 7 présentent la variation de la contrainte de cisaillement des coulis sans adjuvant de rapport E/C 0,35 et 0,50 lors des différentes étapes du protocole pour les deux gaps étudiés (g1 et g10). Nous constatons que les valeurs de contrainte de cisaillement du coulis de rapport E/C 0,35 qui est parfaitement stable sont indépendantes du gap. Alors que la contrainte de cisaillement avec le gap de 1mm est plus importante que celle avec le gap de 10mm dans le cas du coulis de rapport E/C 0,50. De plus, cet écart de contrainte de cisaillement est plus important dans le deuxième cycle de cisaillement que dans le premier. Ceci démontre que la contrainte de cisaillement varie en fonction du gap lorsque le coulis est ségrégatif comme cela était établi dans le chapitre précédent.

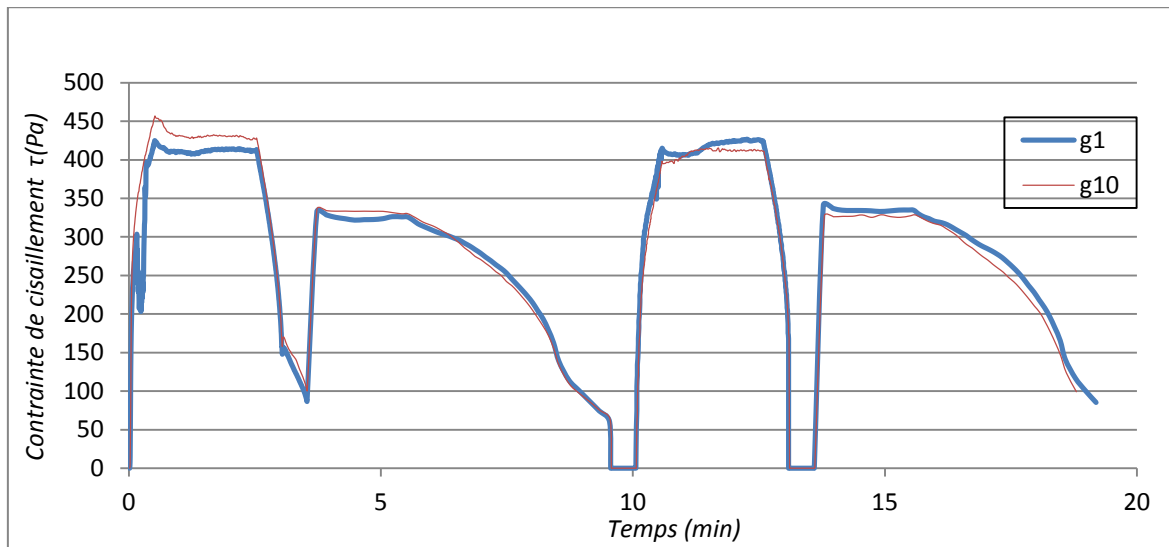


Figure 4- 6 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 sans adjuvant au cours de l'essai rhéométrique

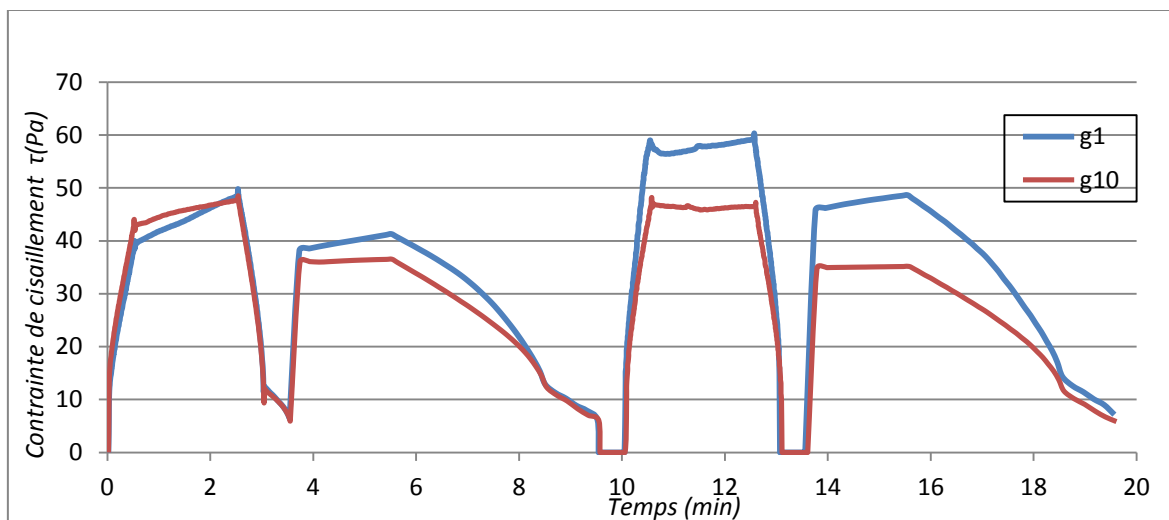


Figure 4- 7 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,50 sans adjuvant au cours de l'essai rhéométrique

Toutefois, aucun pic de contrainte n'a été observé au cours du deuxième palier de pré-cisaillement à 500 s^{-1} mais plutôt un grand écart de la contrainte de cisaillement entre le gap de 1 mm et le gap de 10 mm. Ce phénomène met également en évidence le fait que le remaniement de coulis ségrégatifs dans le rhéomètre est fortement atténué pour les coulis sans adjuvant, probablement à cause de la capacité de structuration des grains de ciment en l'absence d'adjuvant, empêchant la formation d'un précité de forte densité au fond du rhéomètre.

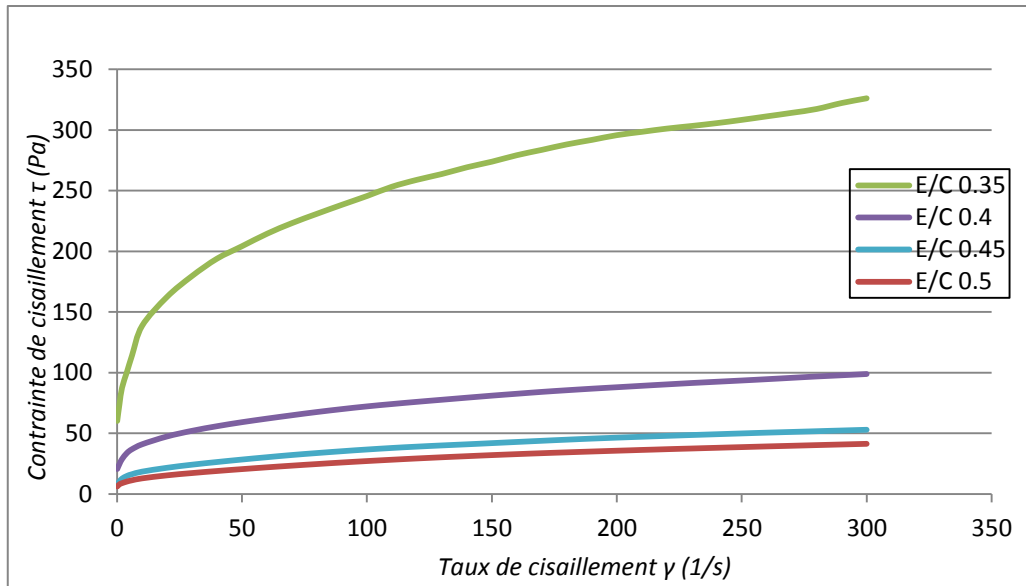


Figure 4- 8 : Courbes d'écoulement des coulis non adjuvanté

La Figure 4- 8 présente les courbes d'écoulement des coulis non adjuvantés déterminées au premier cycle de cisaillement pour le gap de 1 mm. Nous constatons que le comportement observé en l'absence d'adjuvant est de type rhéofluidifiant à seuil de cisaillement, correspondant au modèle Herschel-Bulkley avec un exposant $n < 1$, en accord avec la littérature (Cyr 1999) (Nguyen *et al.* 2011). De plus, la diminution de la concentration volumique en ciment avec l'augmentation du rapport E/C réduit considérablement le nombre d'interactions entre particules dans le coulis cimentaire, conduisant donc à une diminution rapide du seuil d'écoulement et du coefficient de viscosité.

4.3.2 Coulis avec superplastifiant

Pour mieux comprendre l'influence de la fraction solide sur la ségrégation des coulis cimentaires adjuvantés, nous avons effectué une série d'essais sur les quatre coulis précédents adjuvantés de 0,4% de superplastifiant SP1 (Tableau 4- 2).

E/C	0,35	0,40	0,45	0, 50
ϕ_0	0,476	0,442	0,414	0,388
SP1 (%)	0,4	0,4	0,4	0,4

Tableau 4- 2 : Composition des coulis cimentaires avec superplastifiant SP1

4.3.2.1 Ségrégation statique

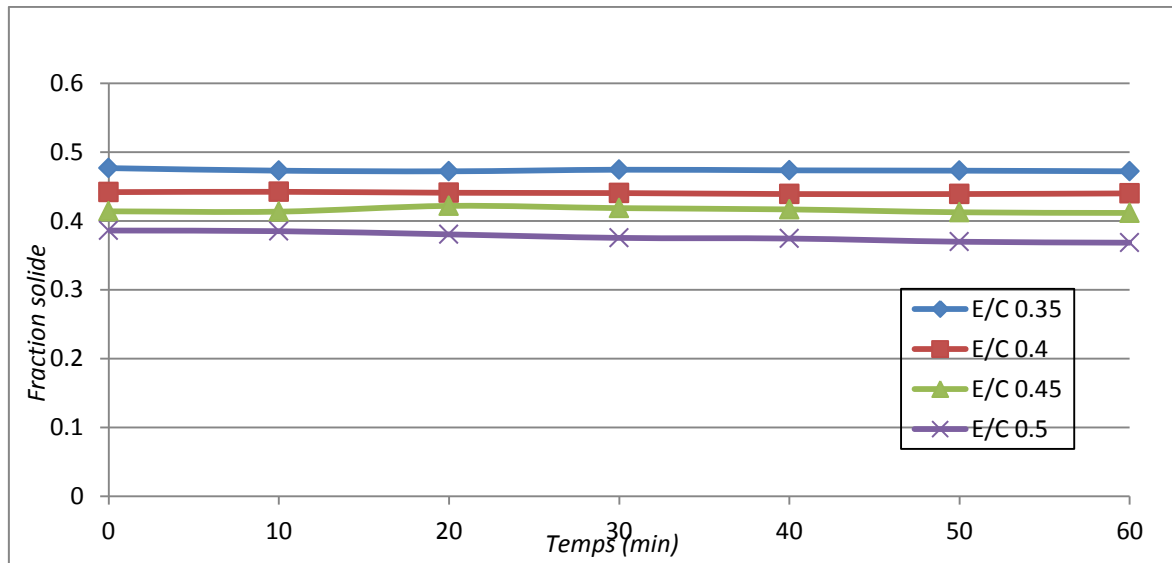


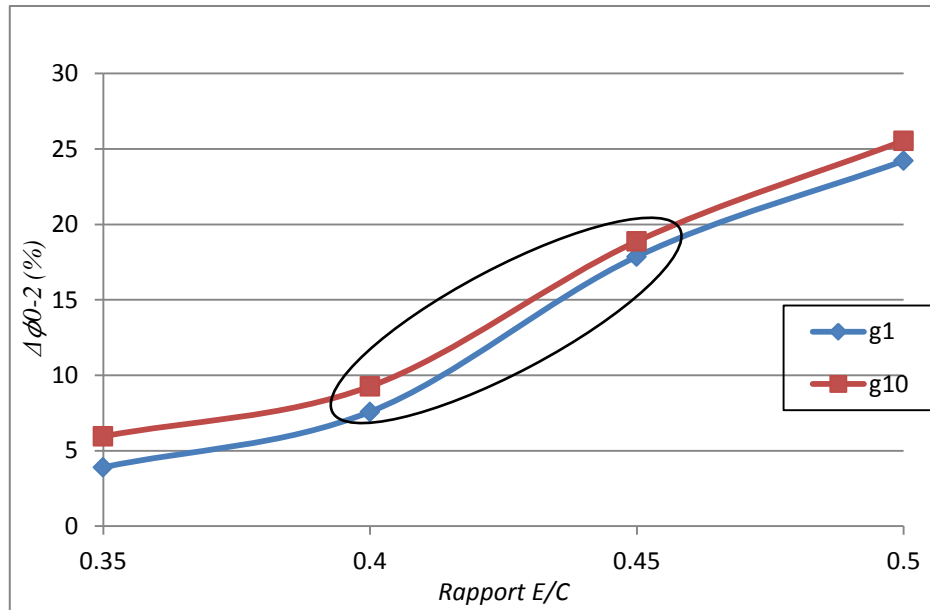
Figure 4- 9 : Evolution de la fraction solide des coulis avec 0,4 % SP1 dans la partie haute du tube d'essai en fonction du temps de repos

La Figure 4- 9 ci-dessus illustre l'évolution de la fraction solide de la partie haute du tube des coulis avec adjuvant au cours de l'essai statique. Les résultats montrent que la fraction solide des coulis avec 0,4% de SP1 dont le rapport E/C inférieur ou égal 0,45 varie très peu au cours de l'essai. Ces coulis sont stables au repos. En revanche, la fraction solide du coulis de rapport E/C 0,50 diminue régulièrement dès les premiers 10 minutes de l'essai. Après 60 minutes, la valeur de fraction solide est environ 4,5% plus faible que celle initiale, indiquant que ce coulis est ségrégatif au repos.

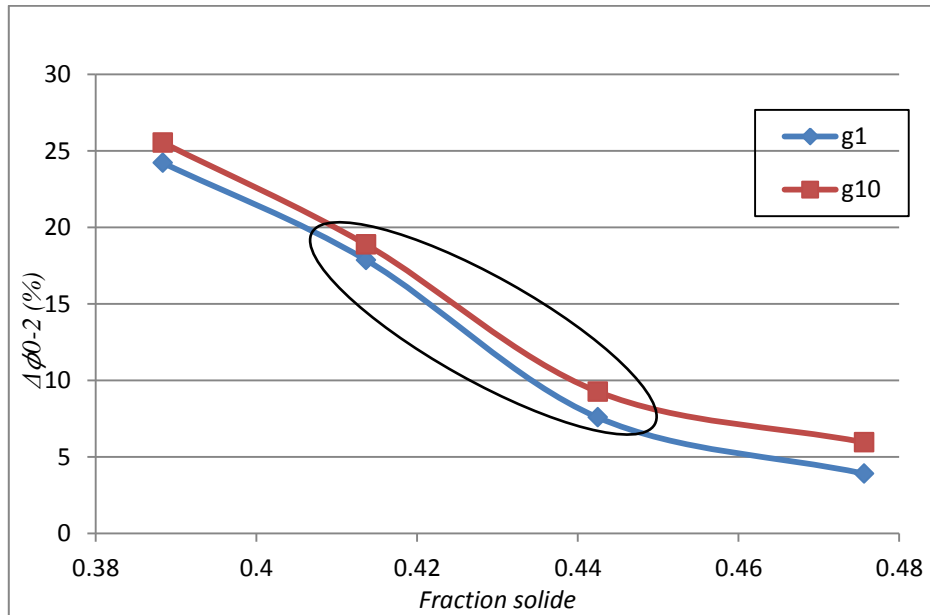
4.3.2.2 Ségrégation sous cisaillement

a) Diminution de la fraction solide

Les essais statiques précédents ont montré que la combinaison d'un dosage en superplastifiant avec un rapport E/C élevé conduit à la ségrégation au repos. Les essais sur les coulis sans adjuvant avaient montré que le cisaillement dans le rhéomètre amplifie la ségrégation. Par conséquent, il est légitime de supposer que les coulis adjuvantés sous cisaillement seront beaucoup plus propices à la ségrégation. Pour mettre en évidence cette hypothèse, nous présentons ci-dessous les figures illustrant la diminution de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé au cours du premier cycle des essais rhéométriques.



(a)



(b)

Figure 4- 10 : Diminution de la fraction solide des coulis avec 0.4% de SP1 dans l'intervalle [0-2] des essais rhéométriques en fonction (a) du rapport E/C et (b) de la fraction solide

Nous constatons en effet que la diminution de la fraction solide dans l'intervalle [0-2] des essais rhéométriques, $\Delta\phi_{0-2}$, est beaucoup plus importante que celle observée dans le cas des coulis sans adjuvant dans les mêmes conditions d'essai (Figure 4- 5). Déjà, la $\Delta\phi_{0-2}$ du coulis de rapport E/C 0,35 est autour de 5% indiquant que ce coulis perd sa stabilité sous cisaillement. Avec l'augmentation du rapport E/C ou la diminution de fraction solide $\Delta\phi_{0-2}$ devient considérable.

Nous observons également un point d'inflexion marqué sur la courbe de variation de $\Delta\phi_{0-2}$ entre E/C 0,4 et 0,45. Nous avons pensé que ce point d'inflexion correspond à un seuil de la fraction volumique (entre 0,414 et 0,442) qui différencie le comportement physique des coulis vis-à-vis de la ségrégation. Afin d'affiner l'identification de ce seuil nous avons ajouté aux essais précédents un coulis avec un rapport E/C 0,425 avec 0,4% de SP1 ($\phi = 0,428$).

Nous constatons en effet que sur la Figure 4- 11 que ce nouveau point s'aligne avec ceux à faible rapport E/C indiquant que la valeur seuil est situé entre E/C 0,425 et 0,45 (fraction volumique entre 0,414 et 0,428). Au-delà de ce seuil la diminution de fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé est amplifiée d'une constante d'environ 5% à cause probablement une modification significative sur les forces inter particulaires pour des coulis à fraction volumique inférieure à 0,428 (E/C > 0,425).

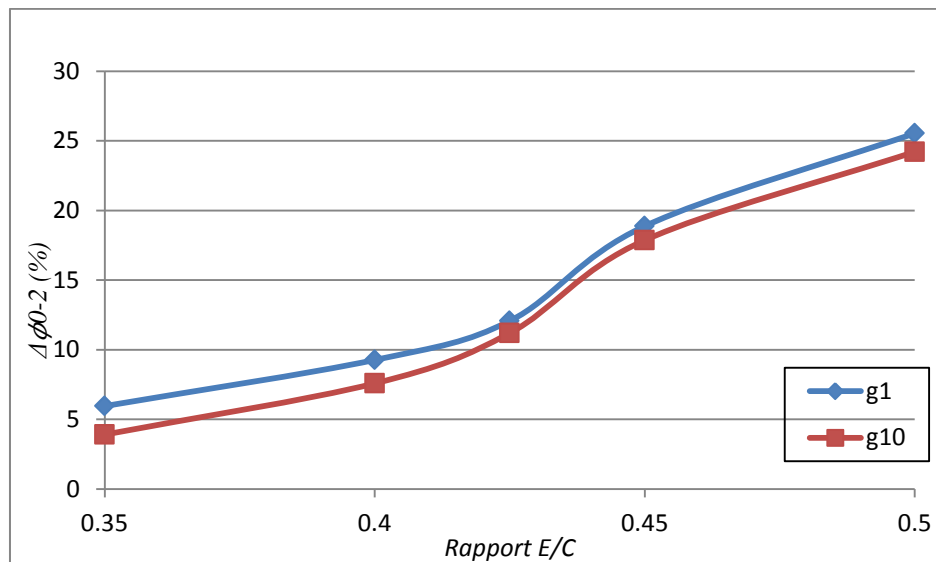


Figure 4- 11 : Diminution de la fraction solide des coulis avec 0,4% de SP1 dans l'intervalle [0-2] des essais rhéométriques en fonction du rapport E/C

b) Variation de la contrainte de cisaillement

Les résultats des essais précédents montrent que tous les coulis avec 0,4% de superplastifiant SP1 sont ségrégatifs sous cisaillement quel que soit le rapport E/C supérieur ou égal à 0,35. Afin de mettre en évidence l'influence du rapport E/C ainsi que le changement du comportement ségrégatif des coulis pour des rapports E/C > 0,425, nous comparons ci-dessous l'évolution de la contrainte de cisaillement du coulis de rapport E/C 0,40 et celui de rapport E/C 0,45.

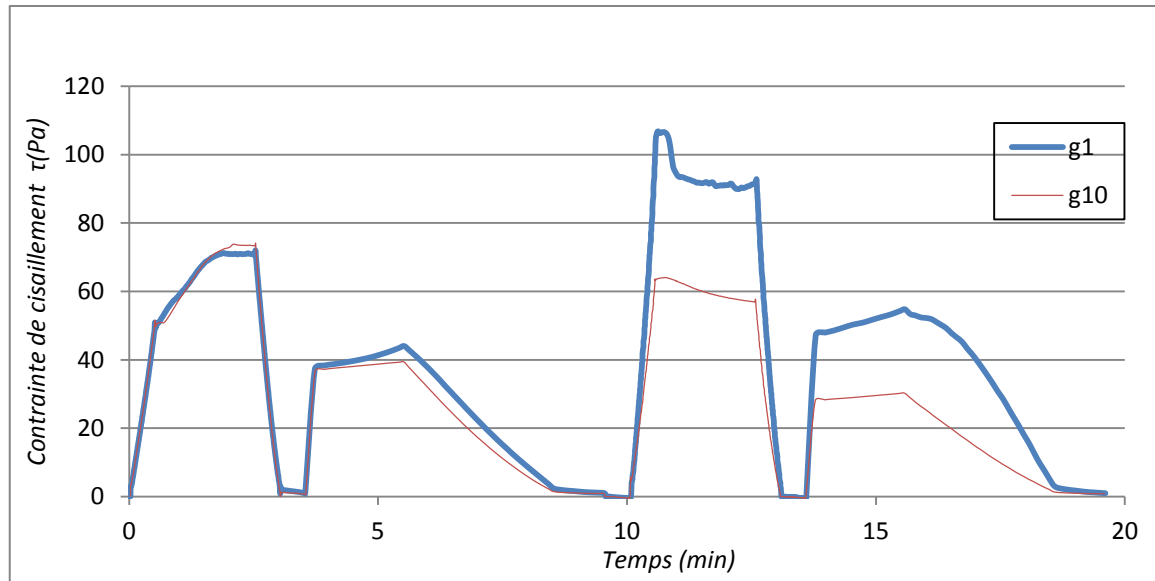


Figure 4- 12: Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.4 avec 0.4% de SP1 au cours de l'essai rhéométrique

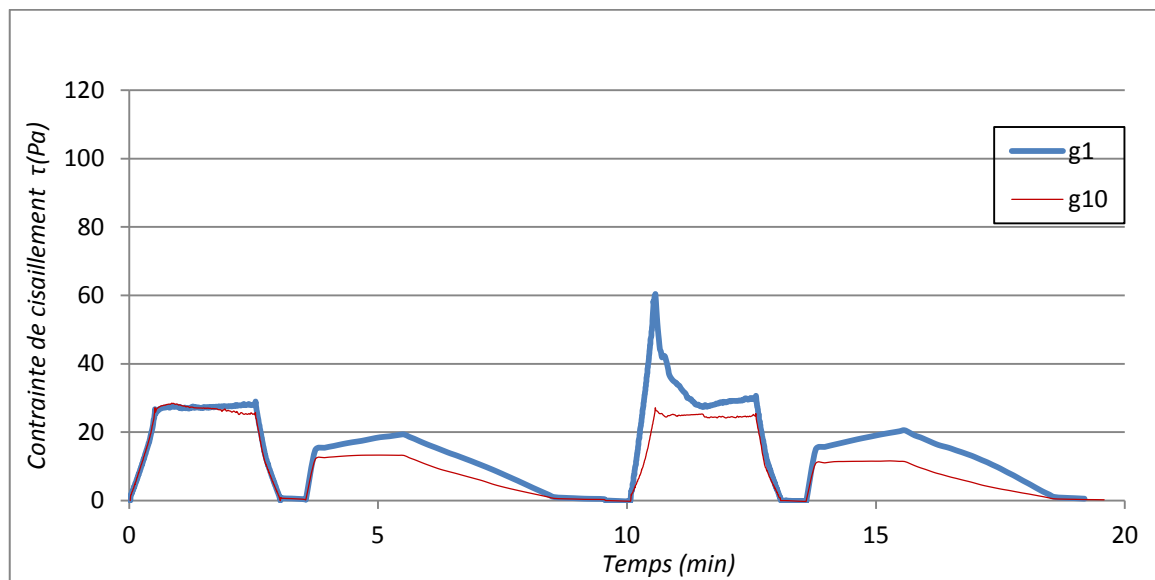


Figure 4- 13: Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.45 avec 0.4% de SP1 au cours de l'essai rhéométrique

Nous constatons, en premier lieu, qu'à cause de la ségrégation la contrainte de cisaillement de ces deux coulis dépend du gap. A taux de cisaillement égal, la valeur de contrainte de cisaillement avec le gap de 1 mm est plus importante que celle avec le gap de 10 mm. Cet écart de contrainte devient plus important avec l'augmentation du rapport E/C donc avec l'amplification de la ségrégation. Nous constatons, en deuxième lieu, qu'au deuxième palier de pré-cisaillement à 500 s^{-1} , l'intensité du pic de contrainte est beaucoup plus importante dans le cas du coulis de rapport E/C 0,45 avec le gap de 1 mm. Ce pic correspond au

remaniement à fort taux de cisaillement du précipité dense, formé au fond du volume cisailé du rhéomètre pour ce gap faible. Apparemment, le précipité est plus faible et/ou beaucoup moins dense pour le coulis à plus faible rapport E/C.

De plus, au premier palier de pré-cisaillement, nous observons une augmentation régulière de la contrainte de cisaillement dans le cas du coulis de rapport E/C 0,40. Cette variation de la contrainte de cisaillement est le résultat du phénomène de restructuration du coulis à cause de sa fraction volumique en ciment élevée comme il sera expliqué dans les paragraphes suivants.

Des résultats précédents permettent de conclure que le comportement ségrégatif des coulis adjuvantés sous cisaillement n'est pas semblable à faible rapport E/C (inférieur ou égal à 0,425) et à fort rapport E/C (supérieur ou égal à 0,45)

4.4 Influence du dosage en superplastifiant

Pour étudier l'influence du superplastifiant sur le potentiel de ségrégation et sur le comportement rhéologique des coulis, nous avons effectué des mesures expérimentales sur quatre séries de coulis correspondant à quatre différents rapports E/C (0,35 ; 0,40 ; 0,45 et 0,50) avec des dosages en superplastifiant SP1 compris entre 0% et 1%. Le Tableau 4- 3 présente la composition des coulis cimentaires adjuvantés en superplastifiant étudiés. Nous rappelons que les coulis à 0,0% et 0,4% ont déjà été étudiés dans les pages précédentes.

Dosage en SP1	Rapport E/C			
	0,35	0,40	0,45	0,50
0,0 %	x	x	x	x
0,2 %	x	x	x	x
0,4 %	x	x	x	x
0,6 %	x		x	
0,8 %	x		x	
1,0 %	x		x	

Tableau 4- 3 : Composition des coulis cimentaires

4.4.1 Étalement et ségrégation statique

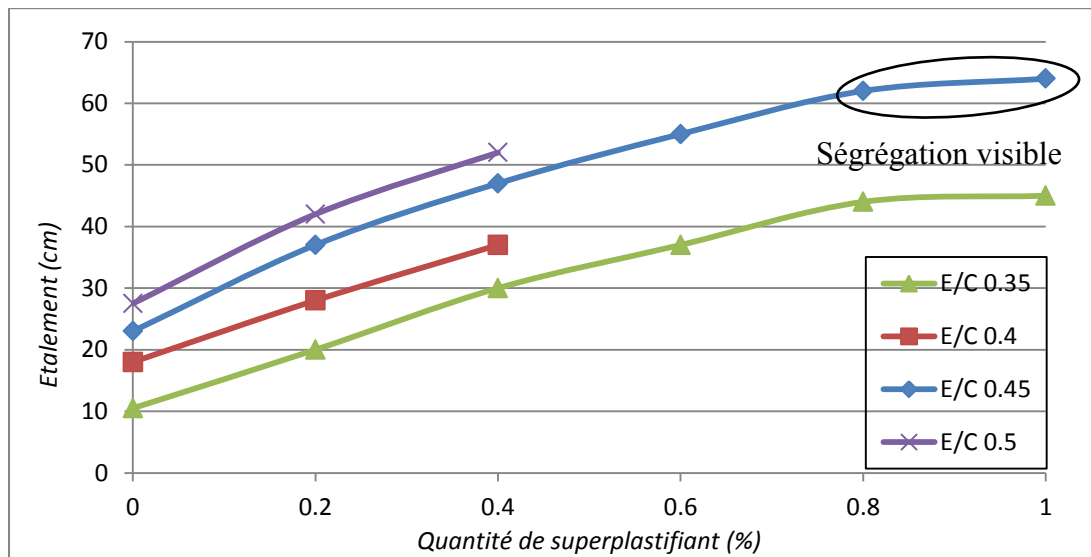


Figure 4- 14 : Variation de l'étalement au mini-cône en fonction du dosage en superplastifiant des coulis cimentaires

La Figure 4- 14 présente la variation de l'étalement des coulis cimentaires au mini-cône en fonction du dosage en superplastifiant. Nous pouvons constater que l'ajout du superplastifiant permet d'augmenter la fluidité du coulis. Ceci est dû à l'effet de dispersion du superplastifiant.

Par ailleurs, les coulis de rapport E/C 0,45 adjuvantés à des dosages supérieurs à la saturation (0,8% et 1,0%) présentent une ségrégation visible sous l'action de gravité caractérisée par la formation d'un liseré riche en eau à la périphérie de la galette d'étalement (Figure 4- 15).



Figure 4- 15 : Essai de l'étalement du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1% de superplastifiant SPI

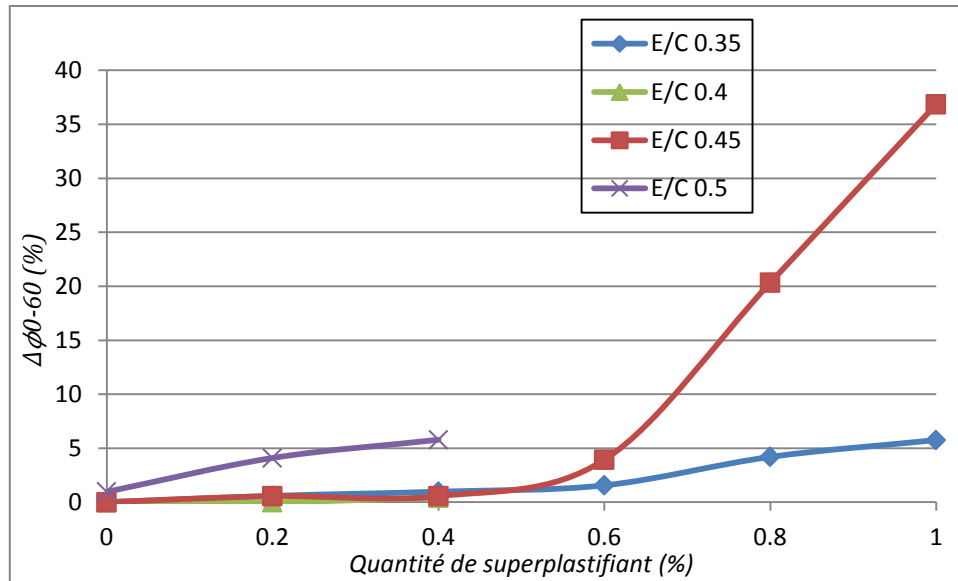


Figure 4- 16 : Diminution de la fraction solide des coulis dans la partie haute du tube d'essai après 60 minutes au repos

L'ajout d'adjuvants superplastifiant aux coulis cimentaires entraîne des augmentations importantes du potentiel de ségrégation statique, notamment pour les coulis de faible concentration volumique. Ainsi, comme le montre la Figure 4- 16 illustrant la diminution de la fraction solide des coulis à l'état statique dans la partie haute du tube après 60 minutes, les coulis passent, lorsqu'on incorpore des doses croissantes de superplastifiant, d'un état stable (traduit par une très faible valeur $\Delta\phi_{0-60}$) à un état ségrégatif. Ce passage dépend du rapport E/C.

En considérant le seuil de 2,5% défini précédemment pour $\Delta\phi$, les coulis à E/C 0,35 restent pratiquement stables si le dosage en superplastifiant SP1 est inférieur ou égal à 0,6%, les coulis à E/C 0,45 si le dosage en superplastifiant est inférieur ou égal à 0,4% et les coulis à E/C 0.50 si le dosage en superplastifiant est inférieur à 0,2%. Au-delà des dosages limites, les coulis ségrégent au repos.

4.4.2 Ségrégation sous cisaillement

4.4.2.1 Variation de la fraction solide

Afin de mieux comprendre l'évolution de l'état du coulis au cours des différentes paliers du protocole de caractérisation de ségrégation, nous étudions dans ce paragraphe les variations de la fraction solide des coulis cimentaires pour différents intervalles de temps [0-1], [1-2], [0-2] et [2-3] de l'essai de caractérisation rhéologique (voir Figure 4- 1). Nous

rappelons que la variation de fraction solide pour chaque intervalle est déterminée par les formules suivantes :

$$\Delta\phi_{0-1} = \frac{\phi_0 - \phi_1}{\phi_0} \times 100\% \quad (Eq\ 4. 7)$$

$$\Delta\phi_{1-2} = \frac{\phi_1 - \phi_2}{\phi_0} \times 100\% \quad (Eq\ 4. 8)$$

$$\Delta\phi_{0-2} = \frac{\phi_0 - \phi_2}{\phi_0} \times 100\% \quad (Eq\ 4. 9)$$

$$\Delta\phi_{3-2} = \frac{\phi_3 - \phi_2}{\phi_0} \times 100\% \quad (Eq\ 4. 10)$$

Nous rappelons aussi que $\Delta\phi_{0-1}$, $\Delta\phi_{1-2}$ et $\Delta\phi_{0-2}$ correspondent à une diminution relative de fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé, alors que $\Delta\phi_{3-2}$ correspond à une augmentation relative de la fraction volumique dans la même partie du rhéomètre à cause de remaniement de phase précipité au fond du rhéomètre pendant le deuxième pré-cisaillement du protocole (Figure 4- 1)

a) Variation de la fraction solide dans l'intervalle [0-2]

La Figure 4- 17 illustre la diminution de la fraction solide initiale au cours du premier cycle de l'essai rhéométrique (intervalle [0-2]).

Nous constatons que la diminution de la fraction solide est d'autant plus forte que le dosage de superplastifiant et le rapport E/C sont importants. Par ailleurs, la diminution de la fraction solide pour le gap de 1 mm est généralement plus faible que celle pour le gap 10 mm. Cette différence est plus importante dans le cas du coulis à forte fraction volumique en ciment (rapport E/C 0,35).

Les résultats de la Figure 4- 17 mettent également en évidence le fait que la diminution relative de la fraction solide dans l'intervalle [0-2] atteint pour les forts rapports E/C et dosage en superplastifiant élevé une valeur maximale de l'ordre de 25%. Nous considérons que cette valeur correspond à l'élimination de toutes les particules de ciment de la partie haute du volume cisailé capables ségréger sous l'action combinée de la gravité et du premier cycle de cisaillement. Evidemment cet état ultime est atteint lorsque le rapport E/C est fort et le dosage en superplastifiant élevé de façon que tous les grains de ciment soit totalement dispersés. Il est probable que cette valeur seuil dépend essentiellement de la granulométrie des particules de

ciment et devrait être plus faible pour des ciments plus fins. Malheureusement, nous n'avons pas fait des essais avec un ciment de finesse différente afin de vérifier cette hypothèse.

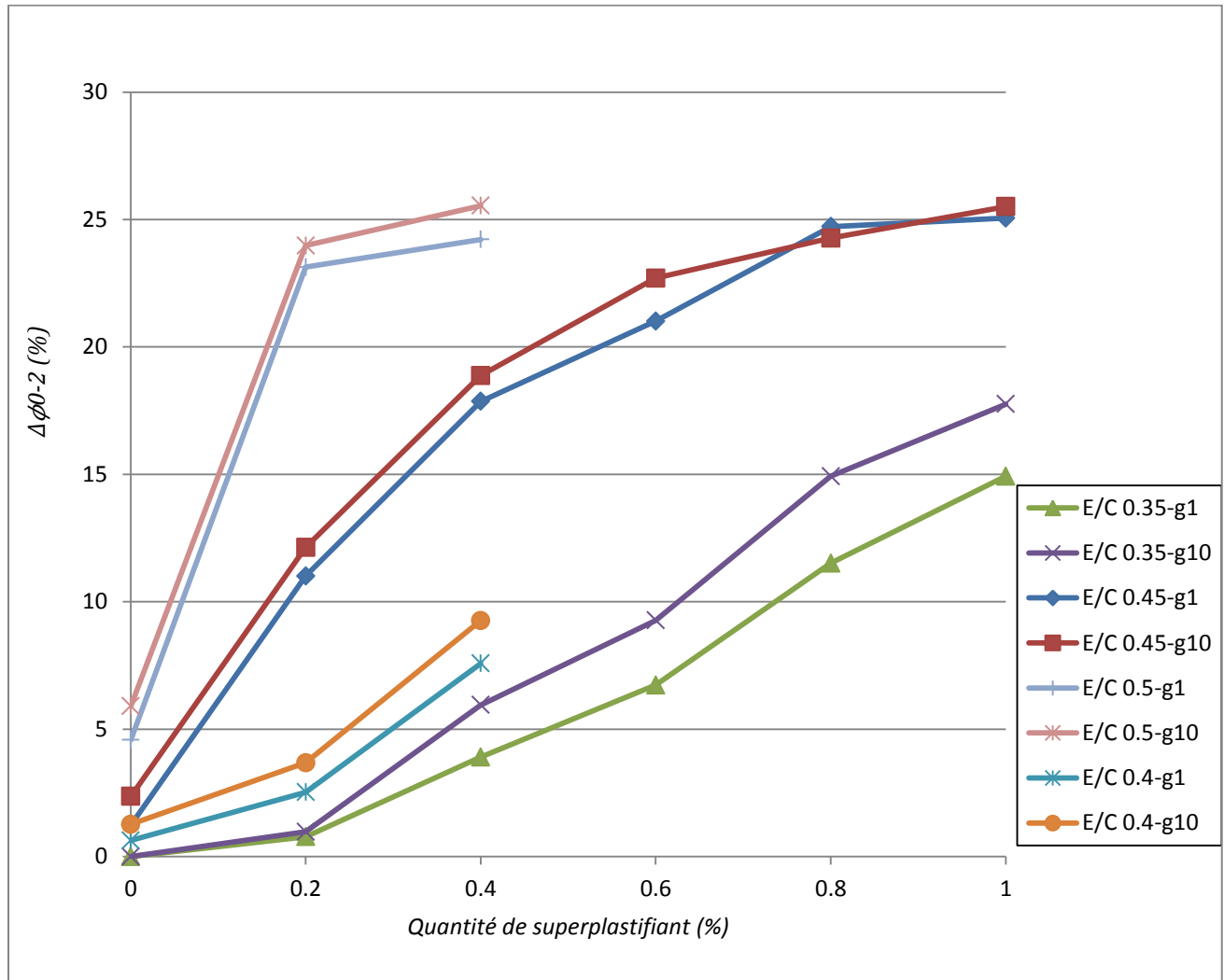


Figure 4- 17 : Diminution de la fraction solide dans l'intervalle [0-2] des coulis dont le rapport E/C varie de 0,35 à 0,50 en fonction du dosage de superplastifiant pour le gap de 1mm et 10mm

Si nous comparons l'état ségrégatif des coulis sous cisaillement (Figure 4- 17) par rapport aux mêmes coulis au repos (Figure 4- 4) nous constatons que l'amplification du phénomène de ségrégation sous cisaillement est beaucoup plus sensible au dosage en superplastifiant qu'au rapport E/C. En effet les coulis sans adjuvant présentent une $\Delta\phi_{0-2}$ variable de 0 à 6% environ selon leur rapport E/C alors qu'ils sont stables au repos (Figure 4- 4). La $\Delta\phi_{0-2}$ des mêmes coulis avec 0.4% de superplastifiant varie de 4 à 25% environ selon leur rapport E/C alors que le seul coulis ségrégatif au repos est celui avec rapport E/C 0.50 et 0.4 % de SP1

(Figure 4- 9). Il en résulte donc que les coulis peuvent devenir ségrégatifs sous l'effet de cisaillement même à faible dosage de superplastifiant. En effet, les seuls coulis qui présentent une $\Delta\phi_{0-2} \leq 2.5\%$, considérés comme une ségrégation non significative, sont les coulis sans adjuvant avec $E/C \leq 0.45$ et le coulis avec $E/C = 0,35$ et 0,2% SP1.

b) Variation de la fraction solide dans l'intervalle [0-1] et [1-2]

Afin de mieux comprendre l'évolution de ségrégation du coulis au cours des différentes paliers du premier cycle de cisaillement, nous étudions ici la variation de fraction solide dans l'intervalle [0-1] et celle dans l'intervalle [1-2].

L'intervalle [0-1] comprend le palier de précisaillement 500 s^{-1} et le palier de 300 s^{-1} du premier cycle avec 30 s de repos entre ces deux paliers (Figure 4- 1). Pendant cet intervalle, le coulis est globalement soumis à un très fort taux de cisaillement.

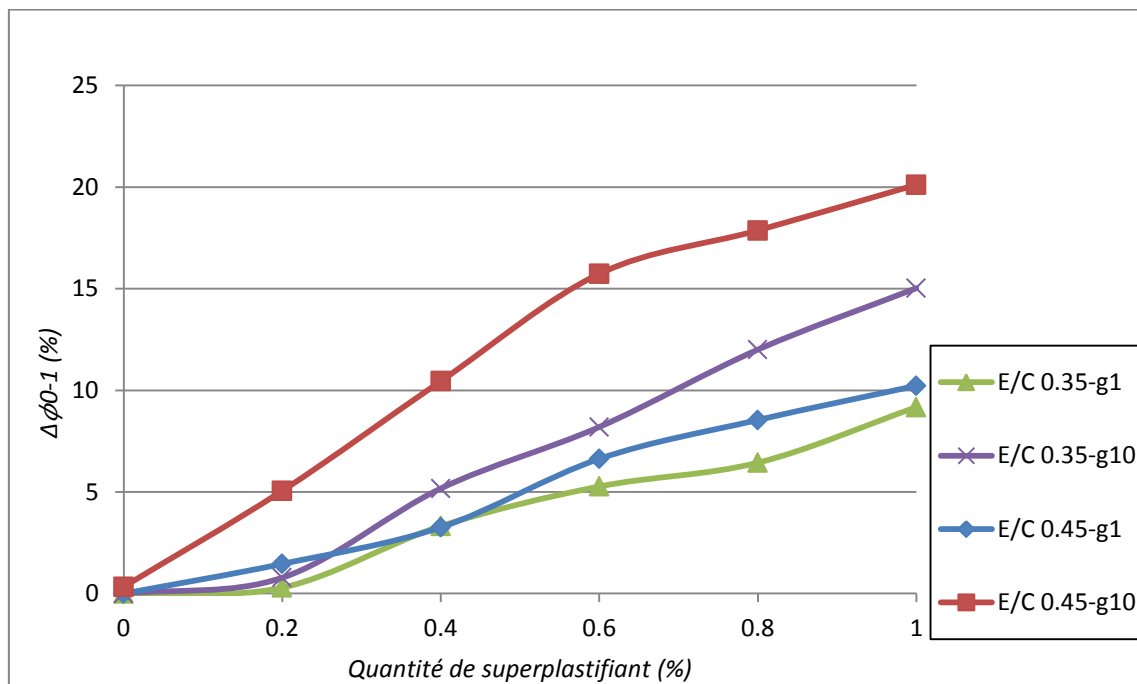


Figure 4- 18 : Diminution de la fraction solide dans l'intervalle [0-1] des coulis cimentaires en fonction du dosage en superplastifiant SP1

Nous constatons (Figure 4- 18), en premier lieu, que la diminution de la fraction solide dans cet intervalle augmente régulièrement avec dosage de superplastifiant. La diminution est plus importante lorsque le rapport E/C est élevé. Elle est aussi plus importante avec le gap de 10 mm qu'avec le gap de 1 mm surtout lorsque le rapport E/C est élevé. Nous pouvons considérer que lorsque le gap est de 1 mm, grâce au très faible volume non cisailé, la

diminution de la fraction solide est atténuée. Les résultats permettent de constater que tous les coulis adjuvantés à l'exception du coulis avec E/C 0,35 et 0,2 % de SP1 sont instables sous cisaillement et perdent leurs particules de ciment dans la partie haute du volume cisailé dès cette première étape de l'essai rhéométrique sous fort taux de cisaillement, notamment avec le gap de 10 mm.

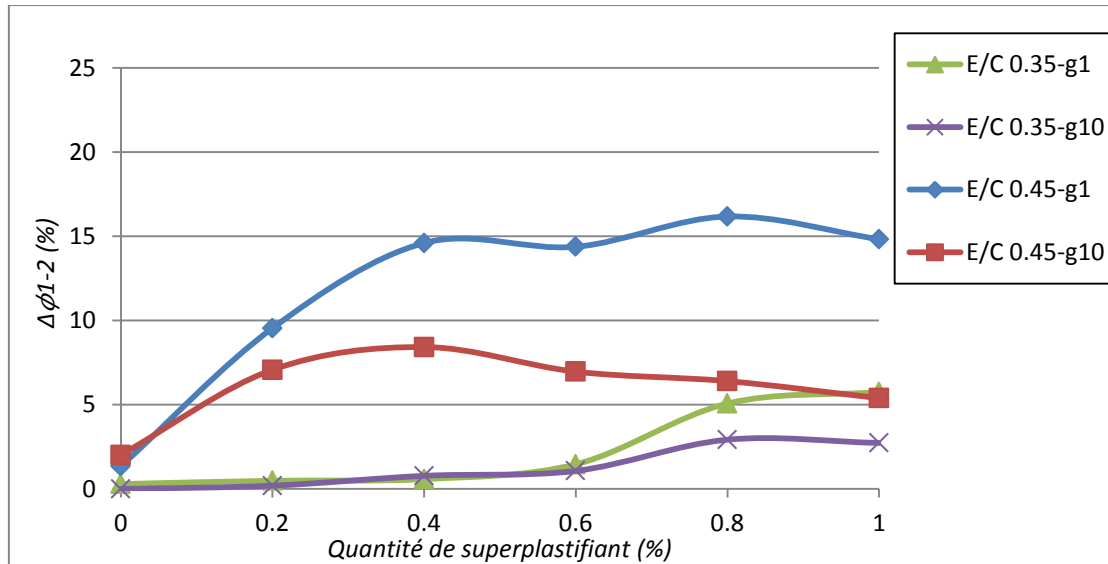


Figure 4- 19 : Diminution de la fraction solide dans l'intervalle [1-2] des coulis cimentaires en fonction du dosage en superplastifiant SPI

La Figure 4- 19 présentent la diminution de la fraction solide dans l'intervalle [1-2]. Cet intervalle correspond à la phase descendante du premier cycle utilisée normalement pour caractériser le comportement rhéologique et tracer la courbe d'écoulement. Dans cette phase descendante, où le taux de cisaillement diminue progressivement de 300 s^{-1} à $0,1 \text{ s}^{-1}$, la partie haute du volume cisailé des coulis adjuvantés continue à perdre ses particules avec l'augmentation du dosage en superplastifiant et du rapport E/C. Néanmoins, ce processus est différent que celui observe dans l'intervalle [0-1].

Premièrement en ce qui concerne l'intensité de la ségrégation qui est significativement différente en fonction du rapport E/C de celle observée dans l'intervalle [0-1]. La comparaison des résultats montre qu'à faible taux de cisaillement ($<300 \text{ s}^{-1}$), la diminution de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé des coulis avec E/C 0,35 et 0,4% ou 0,6% de SP1 devient négligeable alors que ces mêmes coulis perdraient une partie significative de leur fraction volumique solide sous fort taux de cisaillement. Un comportement analogue peut être constaté pour les autres coulis à E/c 0,35 et $> 0,6\%$ de SP1. En revanche, le constat est complètement inverse pour les coulis avec E/C 0,45 et 0,2% ou 0,4% de SP1. Il en résulte que l'intensité de la ségrégation d'un coulis à faible ou à fort taux

de cisaillement dépend fortement de sa concentration volumique initiale (donc du rapport E/C). Plus cette fraction solide initiale est forte plus le coulis est propice à une ségrégation importante à fort taux de cisaillement et une ségrégation faible (voire négligeable) à faible taux de cisaillement alors que si le coulis présente une fraction solide initiale faible la ségrégation demeure importante indépendamment du taux de cisaillement. Il faut ajouter ici que les coulis avec E/C 0,45 et $>0,4\%$ de SP1, lors du premier cycle de cisaillement (Figure 4-17), atteignent une limite supérieure de la diminution de fraction solide qui limite la progression de la ségrégation dans l'intervalle [1-2] compte tenu de la forte diminution déjà opérée dans l'intervalle [0-1].

Deuxièmement en ce qui concerne l'influence du gap sur la ségrégation. Nous constatons sur la Figure 4-19 que la diminution de fraction solide est plus forte lorsque le gap est 1 mm que lorsque le gap est de 10 mm alors que l'inverse était observé sur la figure 4-18. Comme si le volume non cisailé n'influe pas de la même façon à faible taux de cisaillement et à fort taux de cisaillement. Ceci peut s'expliquer par le fait qu'à faible taux de cisaillement (intervalle [1-2]), il peut se former un précipité dense dans la partie basse du volume cisailé, en plus de celui déjà formé dans le volume non-cisailé, alors que ceci est empêché lorsque le taux de cisaillement est élevé (intervalle [0-1]) et le gap est faible. Nous reviendrons sur ces points dans les paragraphes suivants.

c) Variation de la fraction solide dans l'intervalle [2-3]

Nous rappelons que l'intervalle [2-3] concerne le pré-cisaillement à 500 s^{-1} au début du second cycle du protocole (Figure 4-1). Dans cet intervalle, les coulis ségrégatifs subissent un « remaniement » à cause du fort taux de cisaillement qui probablement ne garantit plus un écoulement laminaire du coulis dans le volume cisailé du rhéomètre. Ainsi, une partie des particules de ciment, précipitées pendant le premier cycle, remontent dans la partie haute du volume cisailé au cours de cet intervalle. De par ce fait, la partie haute du volume cisailé présente une augmentation de la fraction solide des coulis ségrégatifs. La Figure 4-20 montre, que cette augmentation est progressive avec le dosage en superplastifiant et d'autant plus importante que le rapport E/C est élevé.

Nous constatons, par ailleurs, que le gap a une influence significative sur l'augmentation de la fraction solide surtout lorsque le rapport E/C est élevé et dosage en superplastifiant est important. L'augmentation est d'autant plus importante que le gap est faible (1 mm). En effet, lorsque le gap est faible, le précipité formé dans la partie basse du volume cisailé est

fortement remanié alors que le précipité formé dans le volume non-cisaillé est peu perturbée par le remaniement.

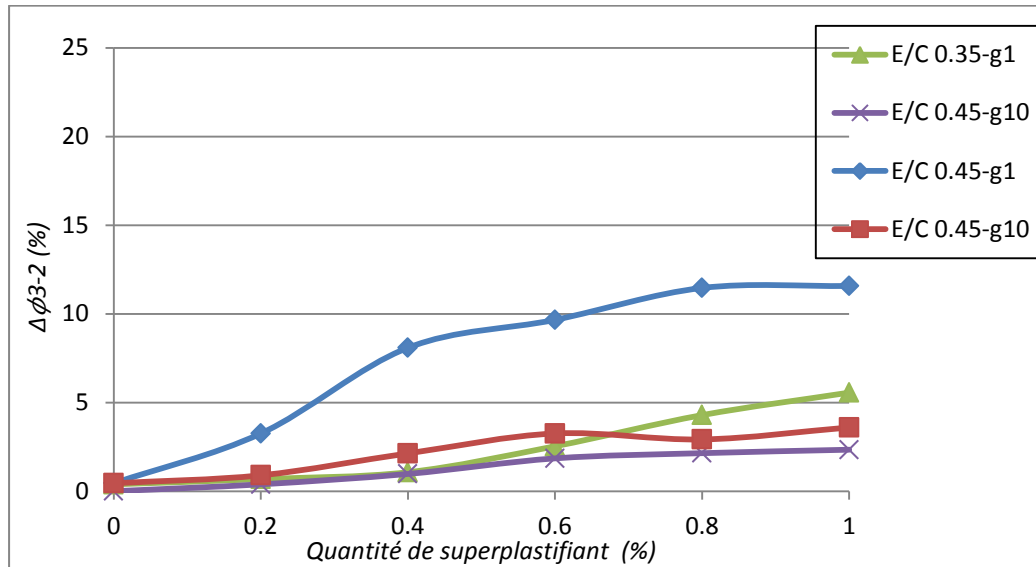


Figure 4- 20 : Augmentation de la fraction solide dans l'intervalle [2-3] des coulis cimentaires en fonction du dosage en superplastifiant SP1

d) Comparaison des variations de la fraction solide des coulis au cours des différentes phases du protocole

Pendant la caractérisation rhéologique du coulis dans le rhéomètre suivant le protocole établi, il existe deux évolutions de la fraction solide : une diminution au cours du premier cycle à cause de la ségrégation et une augmentation au début du deuxième cycle à cause du remaniement à fort taux de cisaillement. Plus précisément, au cours du premier cycle, dans l'intervalle [0-1], à cause de très fort taux de cisaillement, la ségrégation du coulis est amplifiée. La ségrégation est beaucoup plus intense avec le gap de 10 mm à cause de l'importance du volume de coulis non-cisaillé dans ce cas permettant aux particules de ciment de précipiter au fond du rhéomètre et ne plus être « perturbées » par le cisaillement. Dans le cas du gap de 1 mm, la ségrégation est plus atténuée parce que la ségrégation se fait en partie dans le volume non-cisaillé et en partie dans le volume cisaillé, ce qui favorise le remaniement partiel de la phase ségrégée du coulis à fort taux de cisaillement.

Au cours de la phase descendante du protocole dans l'intervalle [1-2], le taux de cisaillement est beaucoup moins important, ce qui permet la ségrégation même dans la partie basse du volume cisaillé lorsque le gap est faible de 1 mm alors que celle-ci était empêchée

dans l'intervalle précédent à cause de fort taux de cisaillement. Ainsi à la fin du premier cycle, la ségrégation du coulis est du même ordre de grandeur pour les deux gaps, surtout lorsque le potentiel de ségrégation du coulis atteint sa valeur maximale dans la partie haute du volume cisailé (Figure 4- 17).

Au cours du pré-cisaillement à fort taux de cisaillement au début du second cycle dans l'intervalle [2-3], la phase précipitée dans la partie basse du volume cisailé est partiellement remaniée conduisant une augmentation de fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé. Cette augmentation est beaucoup plus importante avec le gap de 1mm (Figure 4- 20).

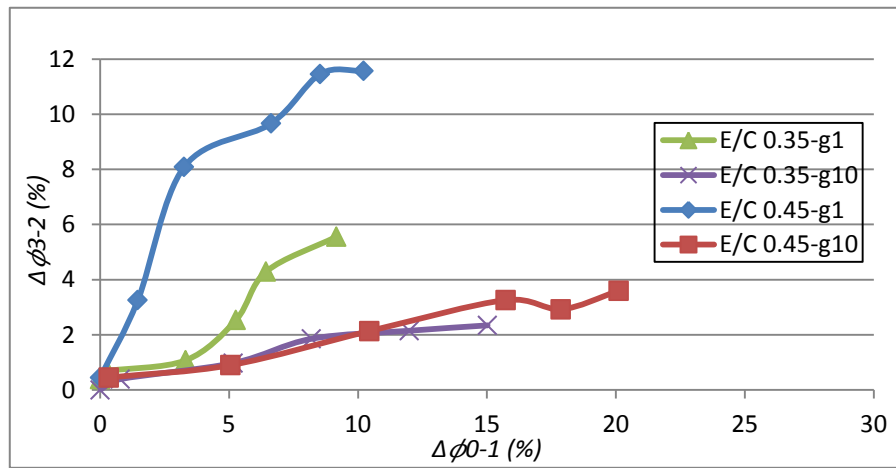


Figure 4- 21 : Corrélation de la variation de la fraction solide entre les intervalles [0-1] et [2-3]

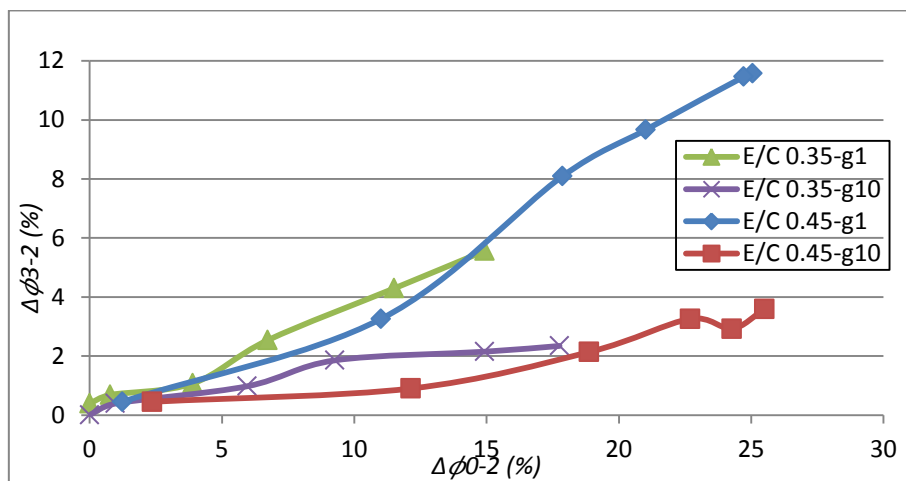


Figure 4- 22 : Corrélation de la variation de la fraction solide entre les intervalles [0-2] et [2-3]

Au vu des explications précédentes il est légitime de penser qu'il doit exister une relation entre certaines variations de la fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé dans les différents intervalles. Ceci est étudié sur les figures Figure 4- 21 et Figure 4- 22.

Nous constatons en effet sur la Figure 4- 21 que pour le gap de 10 mm la diminution de la fraction volumique dans l'intervalle [0-1] est proportionnelle à l'augmentation observée dans l'intervalle [2-3] indépendamment du rapport E/C et du dosage en superplastifiant indiquant que le fort taux de cisaillement amplifie dans un premier temps la ségrégation des coulis et remanie partiellement en deuxième temps les coulis ségrégés en fonction de leur potentiel de ségrégation. Le remaniement concerne environ un cinquième de la phase précipitée indépendamment des paramètres de formulation. Les paramètres de formulation n'interviennent qu'indirectement sur le potentiel de ségrégation du coulis qui augmente avec le dosage en superplastifiant et le rapport E/C. Bien évidemment, lorsque le gap est faible d'une part la ségrégation à fort taux de cisaillement au cours du premier cycle est partiellement empêchée car l'espace non cisailé est fortement réduit et d'autre part le remaniement au cours du second cycle est beaucoup plus important et ceci d'autant plus que le rapport E/C est élevé car la phase remaniée est essentiellement celle précipitée dans l'intervalle [1-2].

Une relation encore plus claire en fonction du gap se dégage sur la Figure 4- 22 où la ségrégation à faible taux de cisaillement au cours du premier cycle peut avoir lieu tant dans la partie non cisailée que dans la partie basse du volume cisailé. L'augmentation de la fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé dans l'intervalle [2-3] est proportionnelle à la ségrégation à faible taux de cisaillement en fonction du potentiel de ségrégation du coulis et du gap.

4.4.2.2 Variation de la contrainte de cisaillement

Afin d'approfondir l'analyse des résultats des essais précédents sur la fraction volumique, nous présentons ci-dessous les variations de la contrainte de cisaillement de quelques coulis cimentaires caractéristiques. Les résultats complets pour tous les coulis cimentaire étudiés sont présentés dans l'annexe.

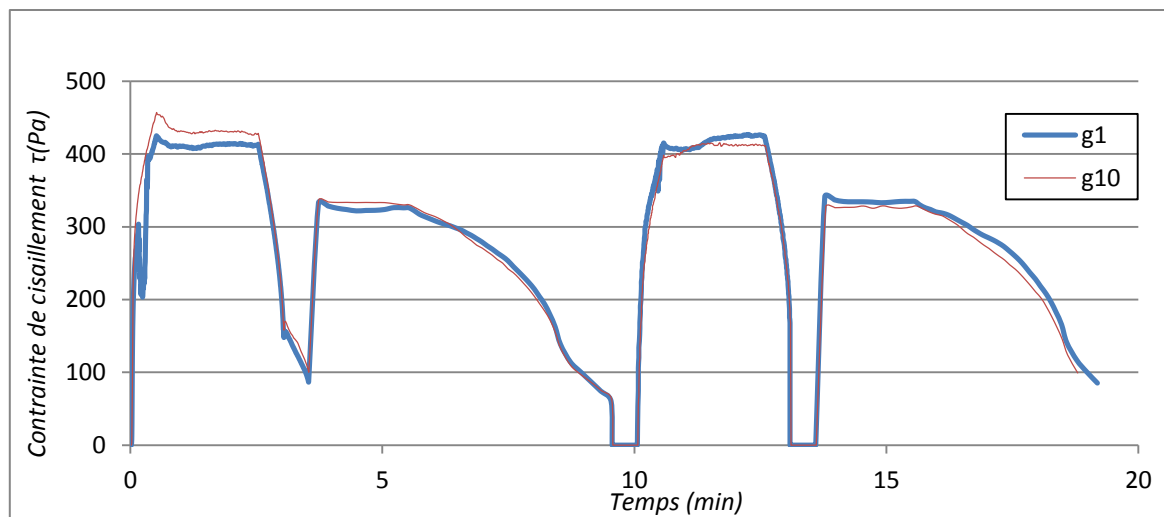


Figure 4- 23 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 sans adjuvant

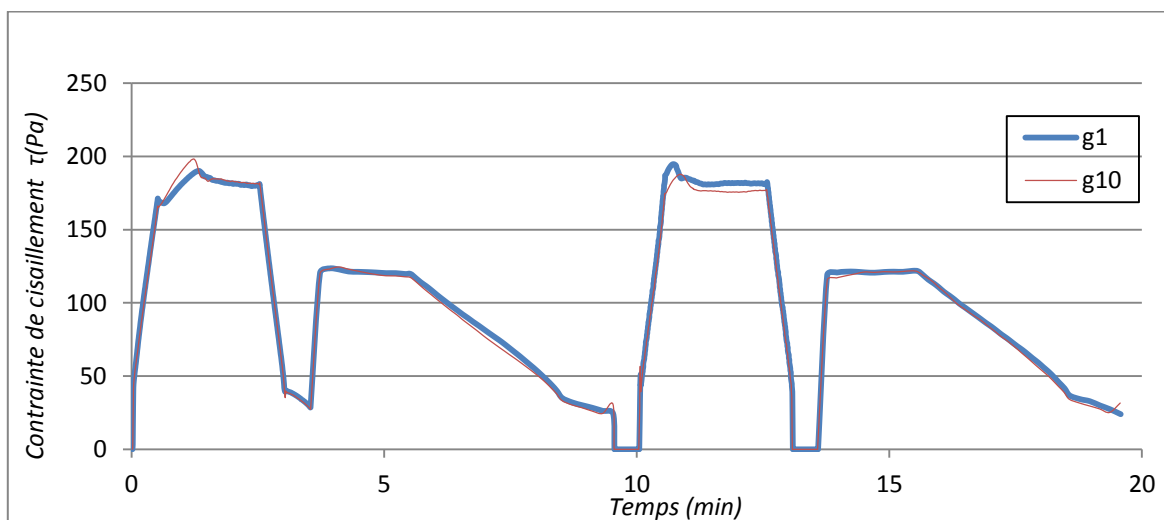


Figure 4- 24 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 avec 0,2% de SP1

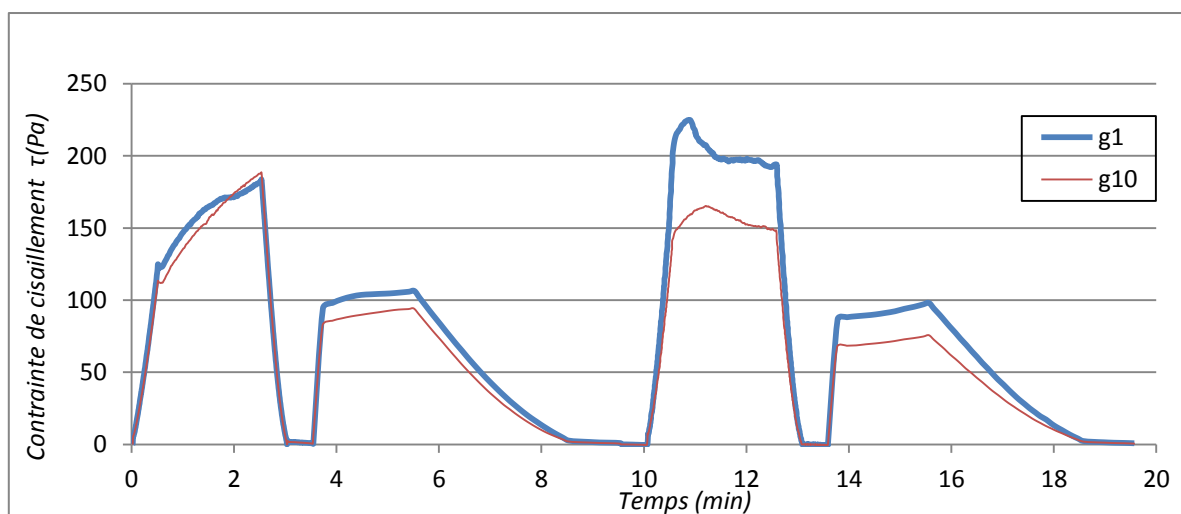


Figure 4- 25 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 avec 0,6% de SP1

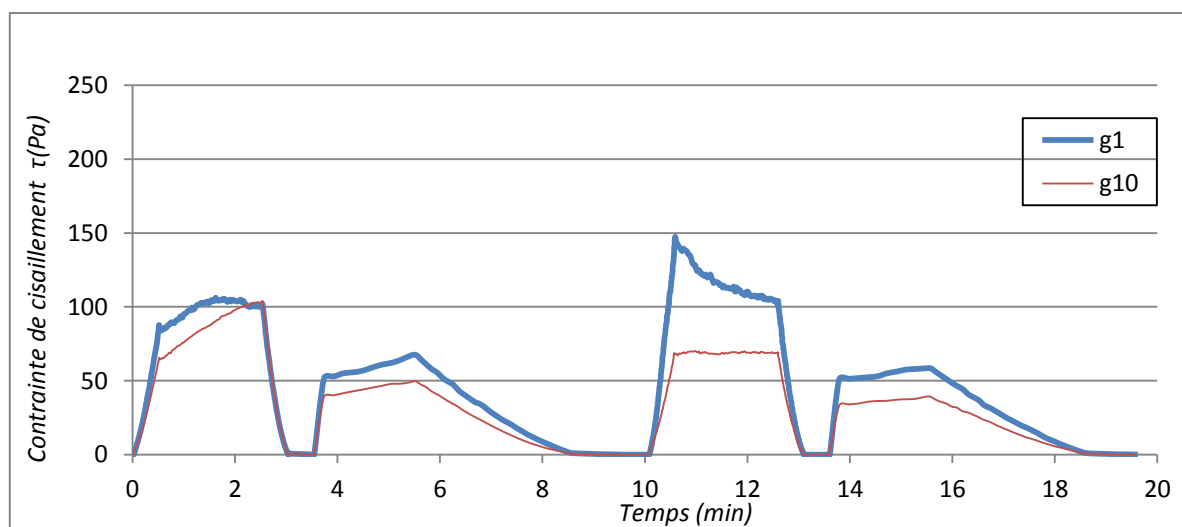


Figure 4- 26 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 avec 1,0% de SP1

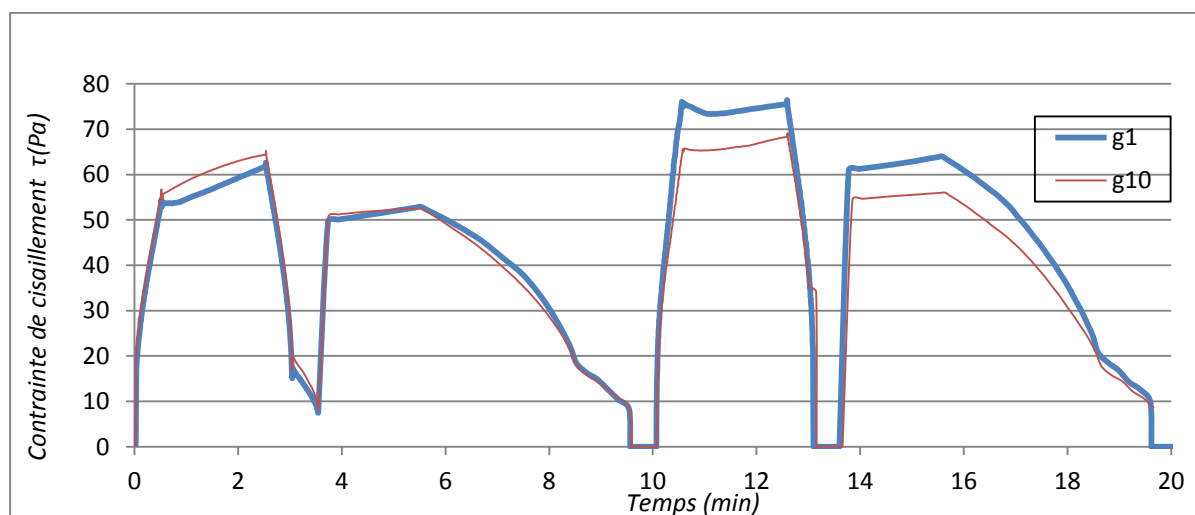


Figure 4- 27 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 sans adjuvant

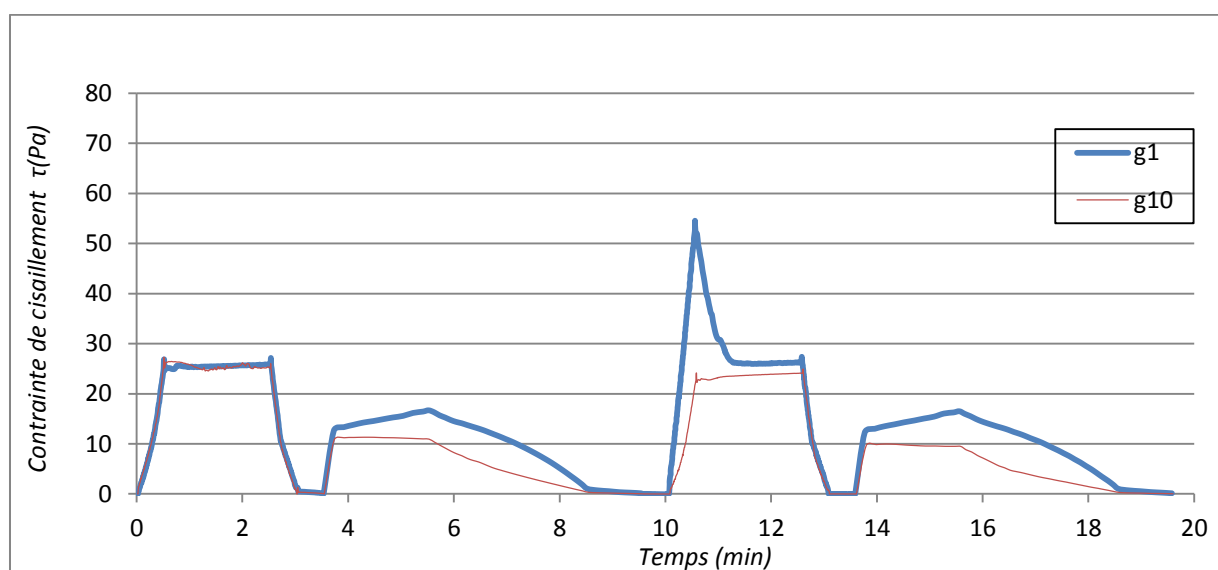


Figure 4- 28 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 0,6% de SP1

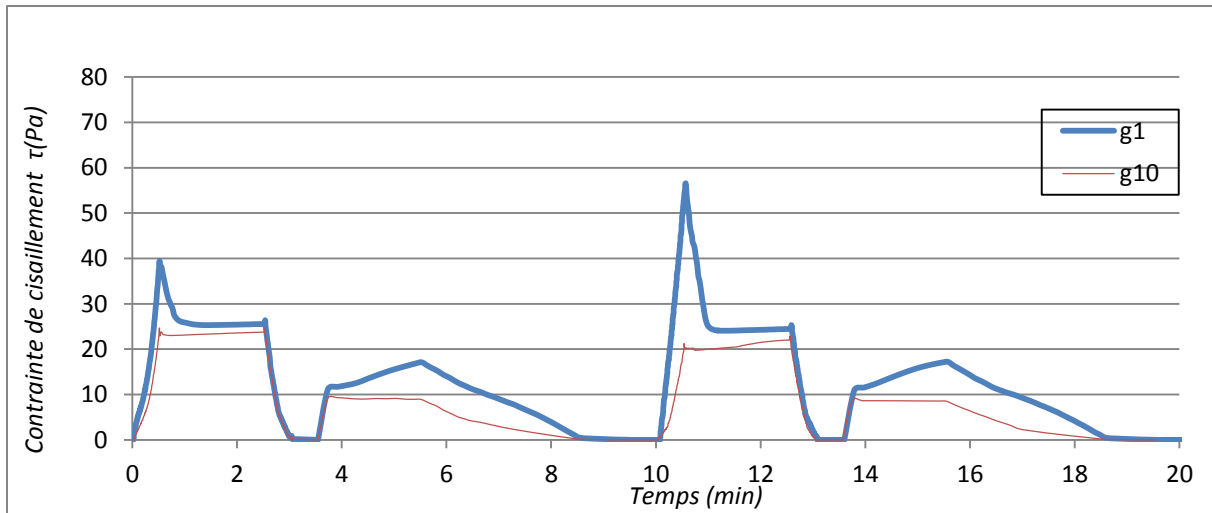


Figure 4- 29 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0% de SP1

Les figures de Figure 4- 23 à Figure 4- 29 donnent la variation de la contrainte de cisaillement des coulis avec le rapport E/C 0,35 ou 0,45 et le dosage de superplastifiant SP1 variable de 0,0 à 1,0% lors des différentes étapes du protocole pour les deux gaps étudiés.

La premier constat sur le comportement rhéologique des coulis est que, pour un rapport E/C donné, la contrainte de cisaillement en fonction du taux de cisaillement diminue avec l'augmentation du dosage en superplastifiant. Ceci est inhérent avec le rôle dispersant de l'adjuvant et la diminution des forces de frottement entre des grains lors du cisaillement qu'il engendre.

Le deuxième constat sur le comportement rhéologique des coulis est qu'au fur et à mesure que la potentiel de ségrégation des coulis sous cisaillement augmente (avec l'augmentation du dosage en superplastifiant et du rapport E/C) la contrainte de cisaillement mesurée pour les différents taux de cisaillement dépend du gap au fond du rhéomètre. En effet, plus le coulis est ségrégatif, plus la différence entre la contrainte mesurée avec le gap de 1 mm et celle avec de gap de 10 mm est marquée. Cette différence en fonction du gap concerne, en premier lieu, l'apparition d'un pic de contrainte de cisaillement lors du deuxième précisaillement uniquement pour le gap de 1 mm. Ce pic apparaît clairement dès que la diminution de la fraction volumique du coulis dans la la partie haute du volume cisailé dans l'intervalle [0-2] dépasse 5% (Figure 4- 17). Ceci est le cas des coulis à E/C 0,35 avec 0,4% SP1 ou plus, les coulis à E/C 0,40 avec 0,4% SP1 ou plus et les coulis à E/C 0,45 avec 0,2% SP1 ou plus (Figures Figure 4- 25Figure 4- 26, Figure 4- 13, Figure 4- 28 etFigure 4- 29). La différence de comportement rhéologique en fonction du gap concerne, en second lieu, la partie descendante du taux de cisaillement après le palier à $300s^{-1}$ au cours du premier cycle (intervalle [1-2]). La

contrainte de cisaillement mesurée dans cette partie avec le gap de 1 mm est d'autant plus forte (comparativement au gap de 10 mm) que le coulis est ségrégatif.

Sur la base de cette différence de comportement en fonction du gap seuls les coulis avec E/C 0,35 avec 0,2% SP1 ou sabs adjuvant et, dans une moindre mesure, celui avec E/C 0,45 sans adjuvant peuvent être considérés stables sous cisaillement car ils présentent le même comportement rhéologique pour les deux valeurs de gap étudiées et aucune des spécificités évoquées précédemment.

Deux autres points du comportement rhéologique semblent également sensibles à la ségrégation du coulis mais ils n'apparaissent pas de manière systématique comme les précédentes. Premièrement, l'apparition d'un pic pour le gap de 1 mm dès le premier précisaillement qui apparaît seulement sur les coulis dont la $\Delta\phi_{0-2}$ atteint son seuil maximal tel que E/C 0,45 avec 0,8% SP1 ou plus ou E/C 0,50 avec 0,2% SP1 ou plus (Figure 4- 17). Deuxièmement, des différences plus ou moins manquées entre la partie descendante du taux de cisaillement du premier et du second cycle du protocole. Elles concernent plutôt les coulis faiblement ségrégatifs sous cisaillement tels que ceux avec E/C 0,35 et 0,4% SP1 ou moins ou le coulis E/C 0,45 et 0,2% SP1 ou moins.

L'analyse précédente permet de conclure que la différence du comportement rhéologique d'un coulis en fonction du gap au cours du protocole de caractérisation permet d'identifier plusieurs critères pour évaluer la ségrégation du coulis sous cisaillement.

Par ailleurs, la différence du comportement rhéologique en fonction du gap au cours de la partie descendante du taux de cisaillement après le palier de 300 s^{-1} fait que les courbes d'écoulement obtenues sont dépendantes du processus de ségrégation dans le rhéomètre et ne représentent pas les propriétés rhéologiques intrinsèques du coulis. Les figures Figure 4- 30 et Figure 4- 31 présentent les courbes d'écoulement obtenues pour les coulis à rapport E/C 0,35 et 0,45 en fonction du gap pour différents dosages en superplastifiant.

Nous constatons que plus la ségrégation du coulis sous cisaillement est forte plus les courbes d'écoulement avec le gap de 1 mm et le gap de 10 mm diffèrent. Pour les coulis très ségrégatifs (E/C 0,45 et SP1 0,6% ou plus) l'allure même de la courbe d'écoulement se trouve modifiée en fonction du gap. En effet, avec un gap de 1 mm, le comportement du coulis semble rhéofluidifiant alors qu'avec le gap de 10 mm le comportement du coulis semble rhéoépaississant avec un point d'inflexion plus ou moins marqué à 250 s^{-1} . En revanche, les coulis stables ou quasi-stables (E/C 0,35 et E/C 0,45 sans adjuvant) ont des courbes d'écoulement en fonction du gap qui se confondent.

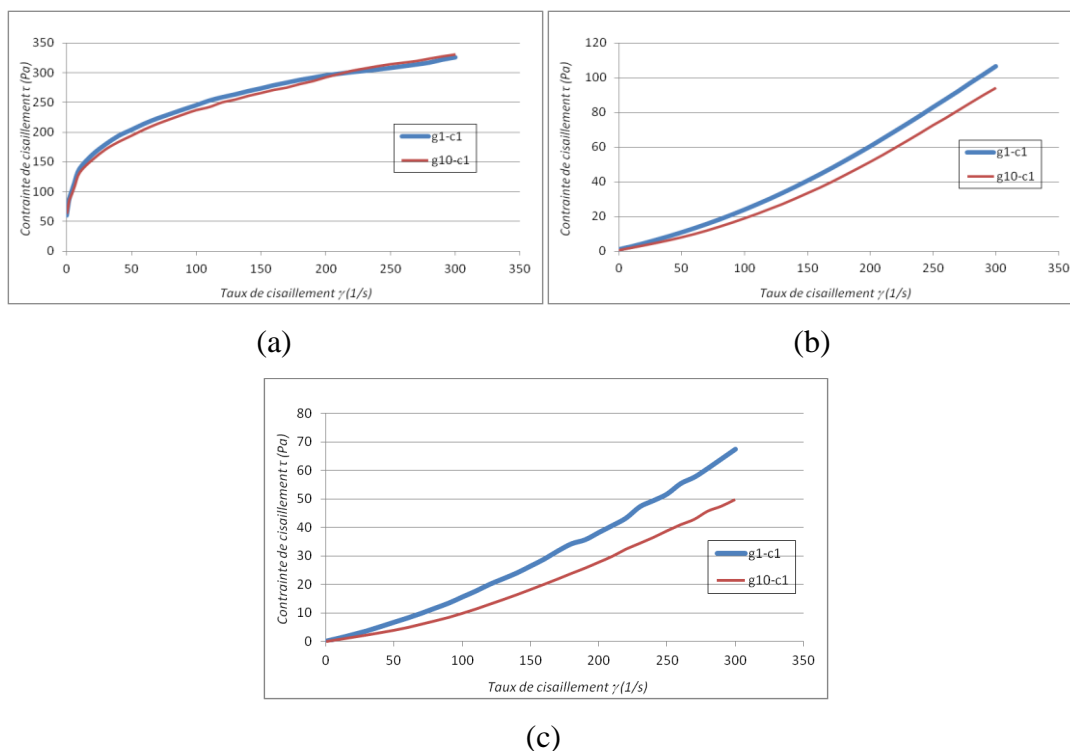


Figure 4- 30 : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires de rapport E/C 0.35 avec différents dosages en superplastifiant SP1 : (a) 0% de SP1 ; (b) 0,6% de SP1 ; (c) 1% de SP1

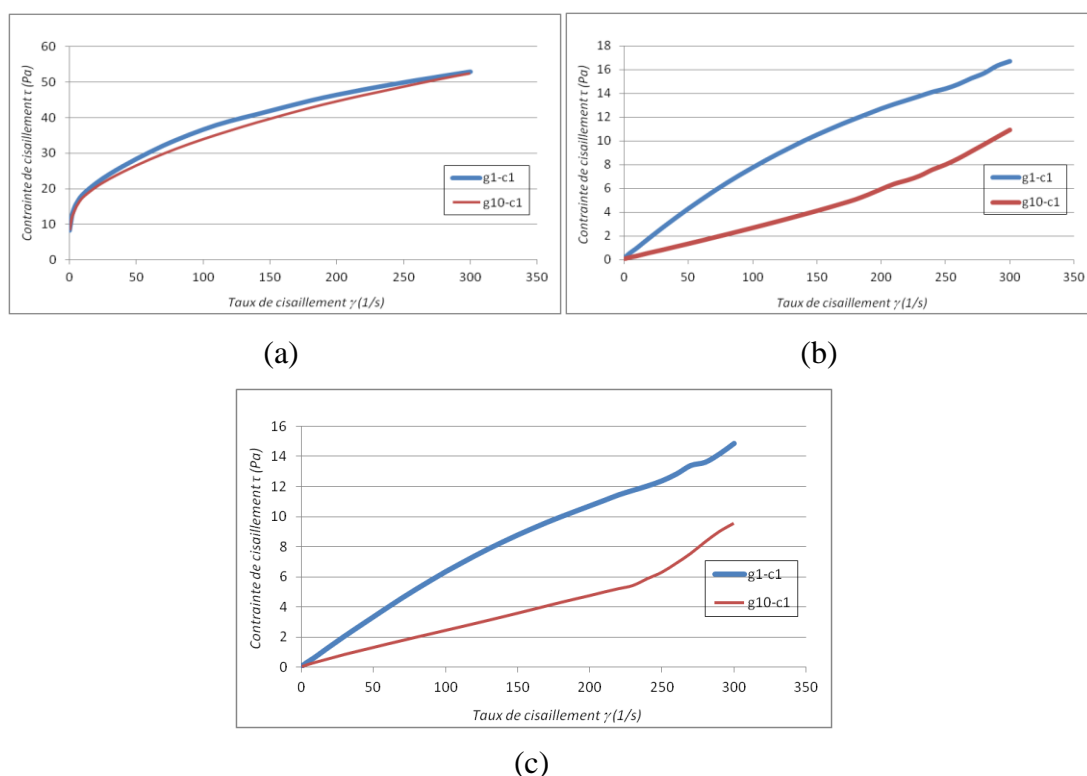


Figure 4- 31 : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires de rapport E/C 0.45 avec différents dosages en superplastifiant SP1 : (a) 0% de SP1 ; (b) 0,6% de SP1 ; (c) 1% de SP1

4.5 Rapprochement entre comportement rhéologique des coulis ségrégatifs et ségrégation

L'objectif de ce paragraphe est d'expliquer les comportements rhéologiques particuliers des coulis ségrégatifs en tenant compte de l'évolution du phénomène de ségrégation dans le rhéomètre au cours du protocole de caractérisation. Nous rappelons que la ségrégation des coulis cimentaires est d'autant plus forte que le dosage en superplastifiant est élevé est le rapport E/C est fort.

Nos mesures de la masse volumique dans la partie haute du volume cisailé montrent que le phénomène de ségrégation commence dès la mise en place du coulis dans le rhéomètre (Figure 4- 18) et continue au cours des différentes phases du protocole jusqu'à la fin du premier cycle (Figure 4- 18). Le coulis perd son homogénéité, la concentration volumique en ciment diminue dans la partie haute du volume cisailé et augmente dans la partie proche du fond du rhéomètre. Lorsque le gap est de 10 mm, un précipité dense à base des grains du ciment peut se former dans le volume non-cisailé au fond du rhéomètre, alors que le volume cisailé se trouve avec une concentration volumique appauvrie (par rapport à la valeur initiale) et donne une courbe d'écoulement correspondant à une suspension de faible viscosité et pratiquement sans seuil. En revanche, lorsque le gap est de 1mm, la précipitation des grains de ciment a lieu en partie dans le volume non cisailé et en partie dans la partie basse du volume cisailé. De part ce fait, la courbe d'écoulement du coulis correspond à un coulis plus visqueux que celui mesuré avec le gap de 10 mm. Afin de confirmer cette analyse, nous avons déterminé à partir de la masse volumique les fractions solides du coulis de rapport E/C 0,45 et 1,0% SP1 dans les différentes parties du rhéomètre à la fin du premier cycle pour les deux gaps. Les résultats sont présentés sur la Figure 4- 32.

Nous constatons que la fraction volumique dans le volume cisailé est significativement différente en fonction du gap en accord avec la courbe d'écoulement déterminée dans chaque cas (Figure 4- 31).

Lorsque la ségrégation est plus faible (moins de superplastifiant et moins d'eau) la différence des fractions solides dans le volume cisailé en fonction du gap est plus faible et les deux courbes d'écoulement sont plus proches. Ce rapprochement est visible si nous comparons les coulis de rapport E/C 0,35 (Figure 4- 30) avec ceux de rapport E/C 0,45 (Figure 4- 31) sachant que le potentiel de ségrégation de coulis avec E/C 0,45 est beaucoup plus important que celui avec E/C 0,35 à cause de la faible concentration en ciment.

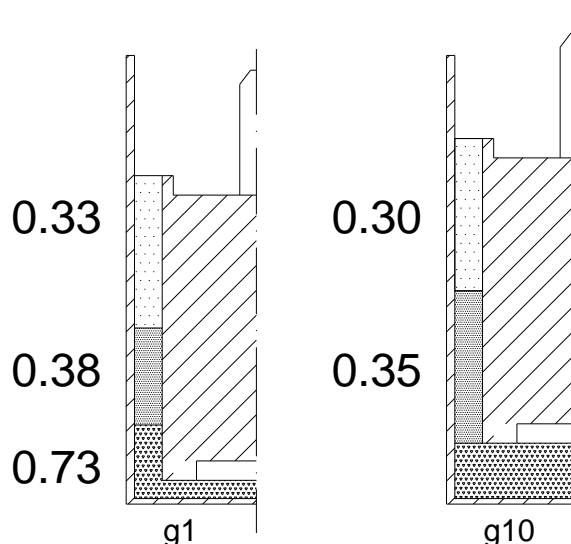


Figure 4- 32 : Détermination de la fraction solide du coulis E/C 0,45 avec 1,0% SP1 dans les différentes parties du rhéomètre à la fin du premier cycle pour les deux gaps

En ce qui concerne maintenant le pic de contrainte de cisaillement lors du deuxième pré-cisaillement à 500 s^{-1} , qui apparait seulement pour le gap de 1mm, nous avons expliqué que ce pic est induit par le remaniement du coulis dans le rhéomètre. Plus précisément, ce remaniement concerne essentiellement le précipité dense formé dans la partie basse du volume cisailé lorsque le gap est faible (Figure 4- 32). Ainsi, le pic est d'autant plus important que la ségrégation dans le rhéomètre est forte.

D'autre part, les coulis fortement ségrégatifs, qui présentent même une ségrégation visible lors de l'essai d'étalement (E/C 0,45 avec 0,8% SP1 ou plus) et qui forment un précipité dense au fond de tube lors de l'essai de caractérisation de la ségrégation statique, présentant aussi un pic de contrainte de cisaillement au premier palier de pré-cisaillement à 500 s^{-1} bien que l'intensité soit beaucoup moins forte qu'au deuxième palier de pré-cisaillement. Ce petit pic de contrainte est le résultat d'un remaniement de la phase précipitée au fond du rhéomètre formée pendant la mise en place du coulis dans le rhéomètre (environ 90 s) avant le début du protocole (Figure 4-29).

En revanche, les coulis faiblement ségrégatifs (E/C 0,35 avec 0,6% SP1 et plus) qui représentent un petit pic de contrainte de cisaillement lors du deuxième palier de pré-cisaillement, ils ne présentent pas de pic de contrainte lors du premier pré-cisaillement comme dans le cas précédents des coulis fortement ségrégatifs. Ils présentent plutôt une augmentation processive de la contrainte de cisaillement lors du premier palier de pré-cisaillement (Figure 4- 25). Nous pensons que ceci est dû à un phénomène de déstructuration du coulis qui a pu se structurer pendant la mise en place dans le rhéomètre avant le début du protocole. Cette

déstructuration correspond à la défloculation des particules de ciment. Ce phénomène est aussi observé sur le coulis E/C 0,45 sans adjuvant (Figure 4- 27) qui est quasiment stable.

4.6 Evaluation du potentiel de ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement

Les essais rhéométriques précédents ont montré que certains coulis stables au repos deviennent fortement ségrégatifs sous cisaillement. Afin de mieux illustrer ce changement de comportement nous avons mis ensemble sur la Figure 4- 33, d'une part, la diminution de la fraction solide des coulis à la fin du premier cycle du protocole ($\Delta\phi_{0-2}$) pour le gap de 10 mm et, d'autre part, la diminution de la fraction solide dans la partie haute du tube de l'essai statique après 10 minutes de repos ($\Delta\phi_{0-10}$).

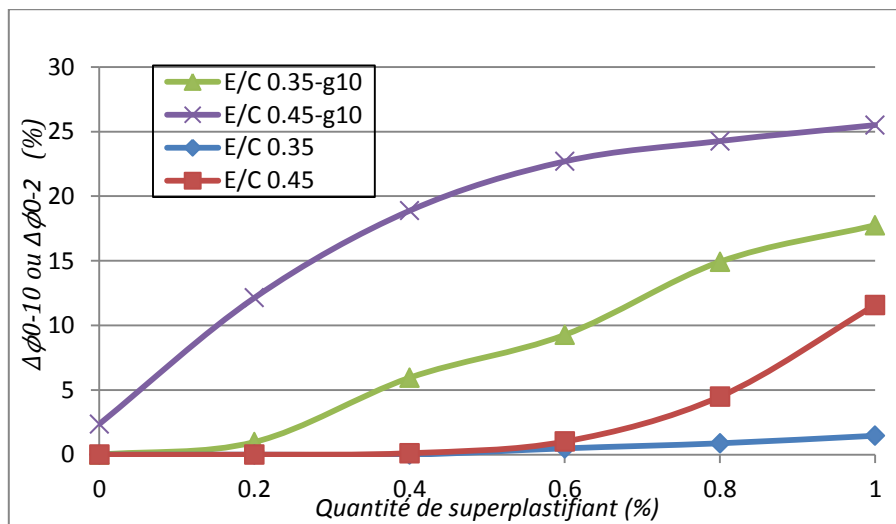


Figure 4- 33 : Diminution de la fraction solide des coulis à l'état statique et après le premier cycle de cisaillement en fonction des paramètres de formulation

Comme nous pouvons constater, la diminution de la fraction solide sous cisaillement est beaucoup plus importante que celle à l'état statique. Cette différence caractérise l'effet amplificateur du cisaillement sur la ségrégation. Ainsi, des coulis stables au repos peuvent devenir plus ou moins ségrégatifs sous cisaillement.

Pour avoir une vision globale du phénomène, nous avons tracé un diagramme (Figure 4- 34) qui permet de caractériser la ségrégabilité des coulis au repos et sous cisaillement en fonction du rapport E/C et du dosage en superplastifiant. Les deux courbes permettent de discriminer les zones de ségrégabilité des coulis de celles de stabilité. Ce diagramme permet aussi d'évaluer l'influence du rapport E/C ainsi que le dosage en superplastifiant SP1 sur la ségrégabilité des coulis. Dans notre étude, nous avons considéré que les coulis qui présentent

une diminution de la fraction solide inférieure ou égale à 2.5% sont stables. Le seuil de 2.5% pour $\Delta\phi_{0-2}$ détermine aussi les coulis dont la contrainte de cisaillement est indépendante du gap et consécutivement la courbe d'écoulement est représentative du coulis homogène.

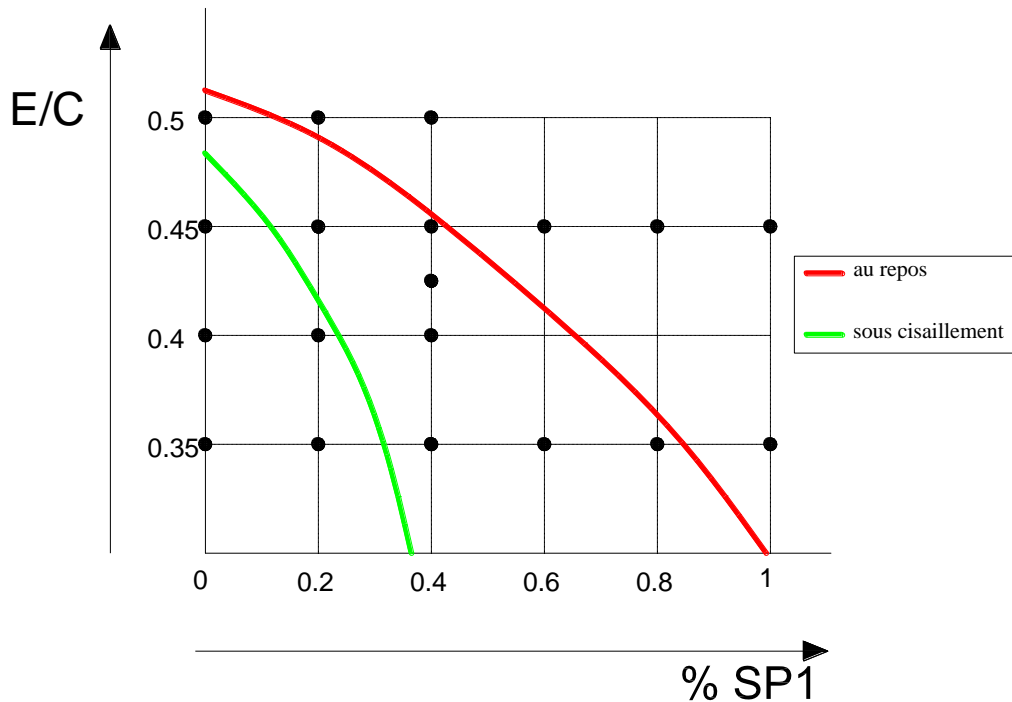


Figure 4- 34 : Diagramme de ségrégabilité des coulis cimentaires

Le diagramme de ségrégabilité permet aussi d'évaluer le rôle de l'eau et du superplastifiant sur le potentiel de ségrégation sous cisaillement. Ainsi, nous pouvons constater que le superplastifiant SP1 paraît beaucoup plus efficace que l'eau pour créer des conditions propices à la perte de stabilité sous cisaillement d'un coulis stable au repos. Ce diagramme de ségrégabilité peut également servir à évaluer la contribution des différents paramètres de formulation du coulis sur le potentiel de ségrégation comme sera démontré dans le chapitre suivant.

4.7 Détermination d'un critère de ségrégabilité d'un coulis sous cisaillement

Nos résultats montrent qu'il y a une très bonne correspondance entre le comportement rhéologique particulier des coulis ségrégatifs et la ségrégation mesurée dans le rhéomètre par la diminution de fraction volumique en ciment. Il est donc tout à fait légitime de chercher des critères de ségrégabilité des coulis qui expriment quantitativement l'intensité de la ségrégation à partir des valeurs caractéristiques du comportement rhéologique. Ainsi plusieurs grandeurs ont été corrélées, telles que, d'une part, la diminution de la fraction solide dans la partie haute

du volume cisailé au cours du premier cycle ($\Delta\phi_{0-1}$, $\Delta\phi_{1-2}$ et $\Delta\phi_{0-2}$) en fonction du gap ou l'augmentation de la fraction solide lors du deuxième pré-cisaillement à 500 s^{-1} ($\Delta\phi_{3-2}$) et, d'autre part, les grandeurs rhéologiques obtenues tels que le pic de contrainte de cisaillement lors du deuxième pré-cisaillement avec le gap de 1 mm (intensité du pic et surface du pic), la différence entre les courbes d'écoulement en fonction du gap, la différence de la contrainte de cisaillement à la fin du palier de 300 s^{-1} en fonction du gap ou encore la différence des courbes d'écoulement entre le premier et le deuxième cycle du protocole pour les deux valeurs du gap. Les figures 4-35 et 4-36 présentent ces différents grandeurs rhéologiques et variations de la fraction solide.

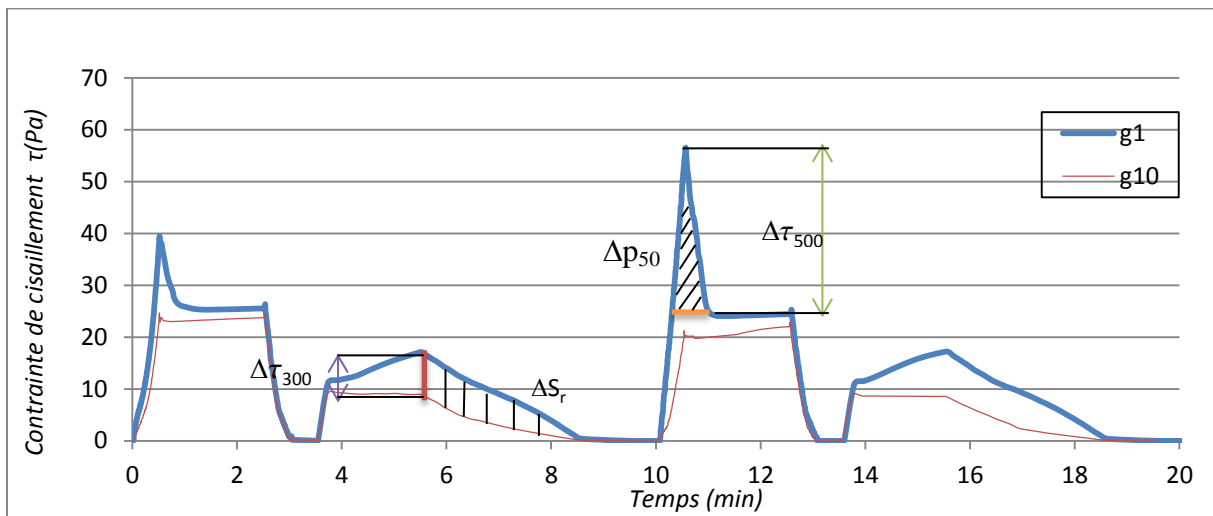


Figure 4- 35 : Représentation des paramètres rhéologiques de ségrégabilité

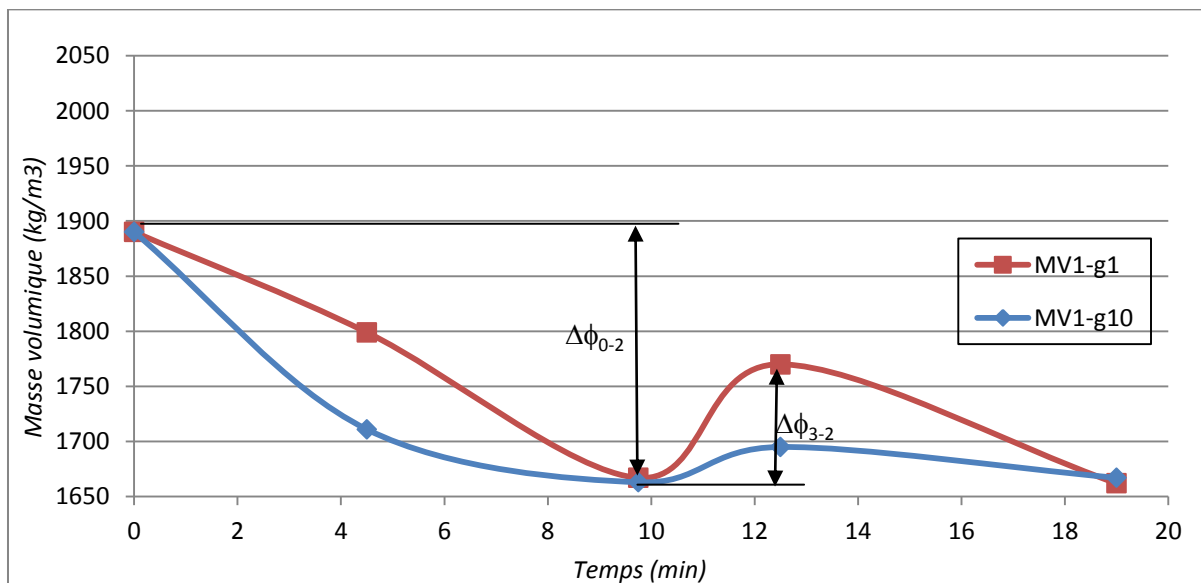


Figure 4- 36 : Représentation des variations de la fraction solide

Nous avons ensuite établi les corrélations entre les paramètres rhéologiques provoqués et les variations de la fraction solide. Ces corrélations sont présentées dans le Tableau 4- 4. Nous observons que les paramètres concernant le pic de contrainte au deuxième palier de pré-cisaillement présente des faibles corrélations avec $\Delta\phi_{3-2}$. En effet, le pic de contrainte des coulis ne devient significativement que pour les coulis fortement ségrégatifs, accordé avec les résultats de comportement rhéologique que nous avons constaté précédemment. Ces paramètres peuvent servir uniquement pour les coulis fortement ségrégatifs et ne sont pas valable pour les coulis faiblement ségrégatifs.

Paramètre	Description	Variation de la fraction solide	Coefficient de corrélation
$\Delta\tau_{500}$	Le pic de contrainte au deuxième palier de pré-cisaillement (g1)	$\Delta\phi_{3-2}$	0.6247
Δp_{500}	La surface du pic (g1)	$\Delta\phi_{3-2}$	0.4678
$\Delta\tau_{300}$	La différence de la contrainte de cisaillement au 1er palier $300s^{-1}$ (entre g1 et g10)	$\Delta\phi_{0-2}$	0.9803
ΔS_r	La différence de la surface du rhéogramme (entre g1 et g10)	$\Delta\phi_{0-2}$	0.7137
$\Delta\mu_{300}$	La différence de la viscosité apparente dans la gamme de taux de cisaillement entre 10 et $300s^{-1}$ (entre g1 et g10)	$\Delta\phi_{0-2}$	0.7245

Tableau 4- 4 : Vérification de la validité de différents critères de ségrégabilité

Parmi toutes ces corrélations probables, celle qui apparait la plus pertinente est la corrélation entre la différence de la contrainte de cisaillement à la fin du palier de $300 s^{-1}$ en fonction du gap, et la diminution de la fraction solide du coulis au cours du premier cycle ($\Delta\phi_{0-2}$) pour le gap de 10 mm. Plus précisément, cette différence de contrainte de cisaillement en fonction du gap a été exprimée par un «critère rhéométrique de la ségrégabilité» des coulis sous cisaillement, noté S_g et déterminé par l'équation suivante.

$$S_g = \frac{\tau_{300}^{g1} - \tau_{300}^{g10}}{\tau_{300}^{g1} + \tau_{300}^{g10}} \times 100\% \quad (Eq 4. 11)$$

Où τ_{300}^{g1} représente la contrainte de cisaillement mesurée à la fin du palier de 300 s^{-1} avec le gap de 1 mm

τ_{300}^{g10} représente la contrainte de cisaillement mesurée à la fin du palier de 300 s^{-1} avec le gap de 10 mm

Ce critère de ségrégabilité des coulis sous cisaillement est un paramètre adimensionnel qui exprime la différence relative des contraintes de cisaillement mesurées avec le gap de 1 mm et de 10 mm. Sa variation en fonction des paramètres de formulation (Figure 4- 37) est très similaire à celle de la diminution de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé à la fin du premier cycle avec le gap de 10mm (Figure 4- 17). En effet, la corrélation entre S_g et $\Delta\phi_{0-2}$ est très forte avec un coefficient de corrélation pour l'ensemble des coulis étudiés $R^2 = 0.9803$ comme le montre la Figure 4- 38. Il faut noter que la corrélation du même ordre mais un peu plus faible ($R^2 = 0.9796$) existe aussi entre S_g et $\Delta\phi_{0-2}$ avec le gap de 1 mm compte tenu de la similitude de la variation de $\Delta\phi_{0-2}$ pour les deux gaps.

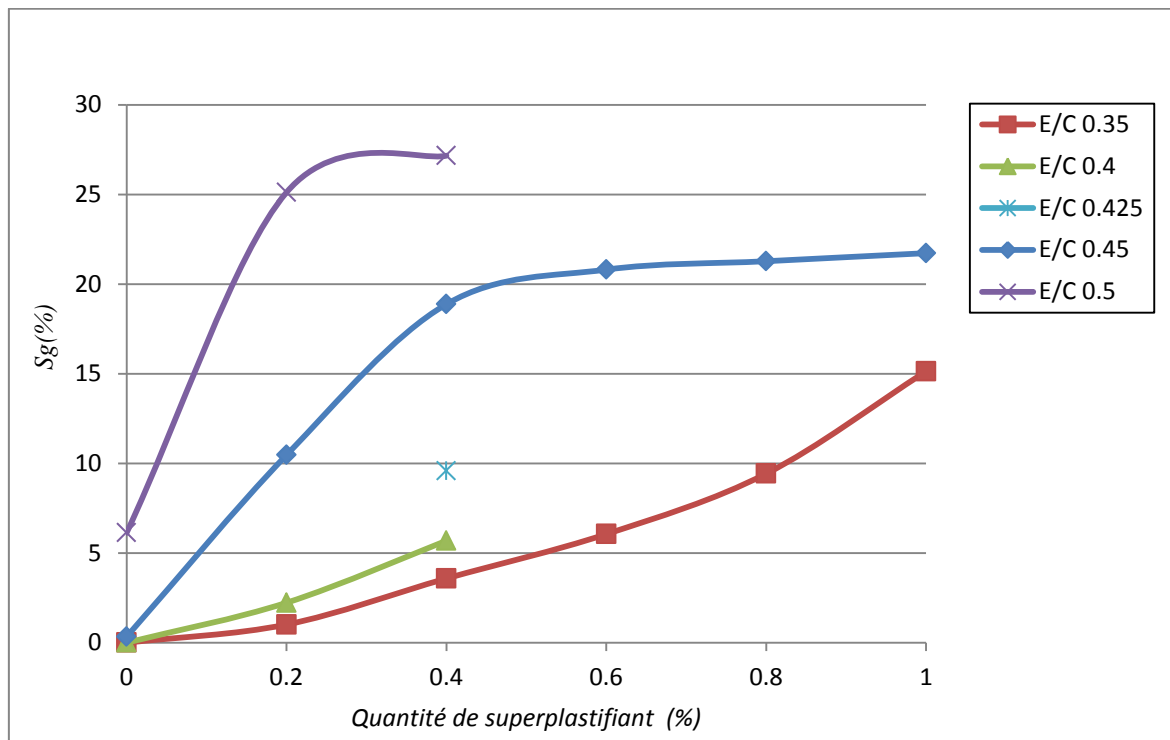


Figure 4- 37 : Variation du critère rhéométrique de ségrégabilité des coulis sous cisaillement en fonction des paramètres de formulation

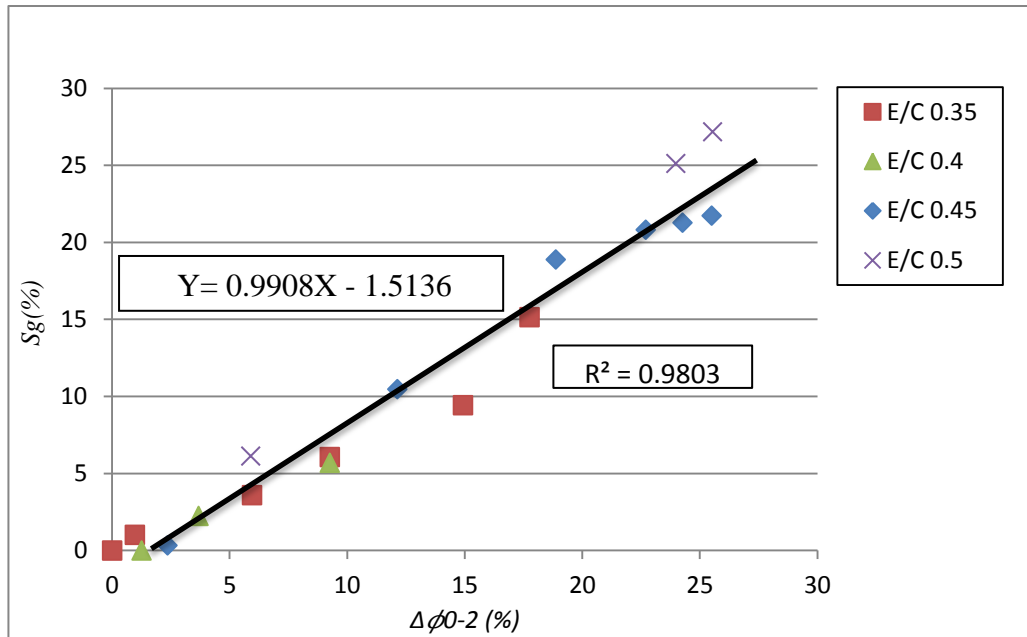


Figure 4- 38 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide $\Delta\phi_{0-2}$

En se basant sur cette forte corrélation entre S_g et $\Delta\phi_{0-2}$ pour le gap de 10 mm nous pouvons considérer qu'un coulis est quasi-stable sous cisaillement si $S_g \leq 2.5\%$ environ. Au-delà de cette valeur seuil le comportement rhéologique est significativement influencé par le gap et les courbes d'écoulement sont «apparentes» dans le sens où elles représentent le comportement d'un coulis hétérogène avec un gradient de la fraction volumique solide dans le sens de la hauteur du volume cisailé. Ce comportement rhéologique apparent est la résultante des contraintes de cisaillement variables en fonction de la hauteur sur la partie mobile du rhéomètre.

4.8 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'influence du rapport E/C et du dosage en superplastifiant sur le potentiel de ségrégation des coulis cimentaire au repos et sous cisaillement en analysant les variations de fraction solide ainsi que les variations de contrainte de cisaillement des différents coulis à des différents gaps.

Nous avons constaté que l'augmentation du dosage en superplastifiant et la décroissance de la fraction volumique solide initiale (par élévation du rapport E/C) pouvait rendre instable sous cisaillement une large gamme de coulis stable au repos. Cette ségrégation sous

cisaillement, conduit inexorablement à un comportement rhéologique différencié en fonction du gap.

L'analyse détaillée du processus de ségrégation dans le rhéomètre au cours du protocole de caractérisation en liaison avec les spécificités du comportement rhéologique en fonction du gap a permis de déterminer un critère rhéométrique de ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement. Ce critère quantitatif permet de discriminer les coulis stables de ceux instables sous cisaillement fiabiliser ainsi les caractérisations rhéométriques au regard du risque de ségrégation.

Nous consacrons donc la suite de ce travail à valider ce critère de ségrégabilité sur une large gamme de paramètre de formulation.

CHAPITRE 5 :

INFLUENCE DES DIFFÉRENTS PARAMÈTRES DE COMPOSITION SUR LA SÉGRÉGABILITÉ DES COULIS CIMENTAIRES SOUS CISAILLEMENT

5.1 Introduction

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié l'influence du rapport E/C et du dosage en superplastifiant SP1 sur la ségrégation des coulis cimentaires en appliquant la méthodologie développée dans le chapitre 3. Nous avons aussi défini un critère rhéométrique de ségrégabilité qui relie quantitativement certaines caractéristiques du comportement rhéologique à la diminution de la fraction volumique en ciment de la partie haute du volume cisailé. Dans ce chapitre nous élargissons l'application de ce critère sur les autres principaux paramètres de composition des coulis cimentaires tels que la nature de superplastifiant, la présence d'un agent de viscosité et l'addition d'un filler calcaire en substitution du ciment. Nous vérifions également les spécificités du comportement rhéologique des coulis ségrégatifs sous cisaillement et nous dégagons l'influence de chaque paramètre de composition sur la ségrégabilité des coulis sous cisaillement.

5.2 Influence de la nature du superplastifiant.

Afin de mettre en évidence l'influence de la nature du superplastifiant, nous avons effectué une série d'essai avec des coulis cimentaires adjuvantés avec 1,0 % de superplastifiant SP2 en faisant varier le rapport E/C entre 0,35 et 0,50 (Tableau 5- 1). Nous avons opté pour un dosage fort en superplastifiant afin de mettre en exergue le rôle de la nature du superplastifiant sur la ségrégation. Nous rappelons que le superplastifiant SP1 est à base de polycarboxylates de nouvelle génération alors que le superplastifiant SP2 est à base de polyméla mine sulfonée (voir chapitre 2). Ce qui rend le superplastifiant SP2 un peu moins efficace que le SP1 est de part ce tout l'adjuvantation peut atteindre un dosage max plus élevé que celui préconisé pour le superplastifiant SP1 (voir Tableau 2-3 et Tableau 2-4 au chapitre 2).

Les résultats obtenus sont comparés avec ceux des coulis adjuvantés au même dosage (1,0%) avec le superplastifiant SP1 pour un rapport E/C identique.

E/C	0.35	0.40	0.45	0.50
SP2 (%)	1	1	1	1
SP1 (%)	1		1	

Tableau 5- 1 : Composition des coulis cimentaires adjuvantés avec le superplastifiant SP2 en comparaison avec ceux adjuvantés avec le superplastifiant SP1

5.2.1 Ségrégation statique

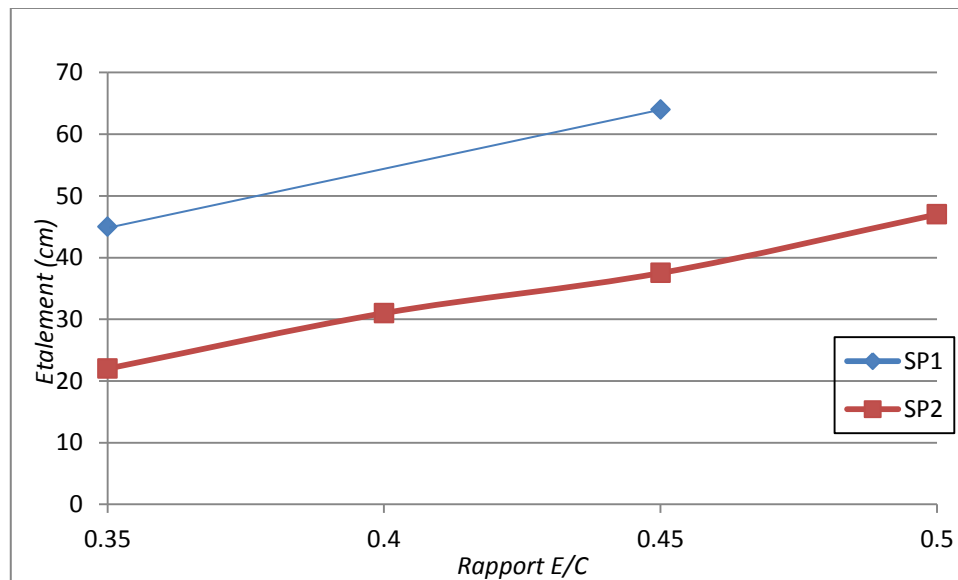


Figure 5- 1 : Evolution d'étalement des coulis adjuvantés avec 1% de SP1 et avec 1% de SP2 en fonction du rapport E/C

La Figure 5- 1 présente la variation d'étalement des coulis cimentaires adjuvantés avec 1,0% de superplastifiant SP1 et avec 1,0% de superplastifiant SP2 au mini-cône en fonction du rapport E/C. Nous pouvons constater que pour un même rapport E/C, les coulis adjuvantés avec superplastifiant SP2 présentent un étalement plus faible que ceux adjuvantés avec superplastifiant SP1. Ceci montre en effet que la capacité de dispersion des grains de ciment du superplastifiant SP1 est beaucoup plus importante que celle du superplastifiant SP2.

Par ailleurs, l'observation des galettes d'étalement des coulis étudiés nous indique que les coulis adjuvantés avec 1,0% de SP2 sont stables, ainsi que le coulis adjuvanté par 1,0% de SP1 de rapport E/C 0,45 présentent une ségrégation visible par un liseré liquide formé à la périphérie de la galette de coulis.

La Figure 5- 2 illustre la diminution de la fraction solide des coulis adjuvantés avec 1,0% de SP1 et avec 1,0% de SP2 à l'état statique dans la partie haute du tube après 60 minutes. Nous constatons que le potentiel de ségrégation des coulis adjuvantés avec superplastifiant SP1 est beaucoup plus important que ceux adjuvantés avec de superplastifiant SP2 au même dosage. D'autre part, nous constatons aussi que les coulis adjuvantés par 1,0% de superplastifiant SP2 restent stables au cours de l'essai lorsque le rapport E/C est inférieur ou égal à 0,45. Alors que ceux adjuvantés par 1,0% de superplastifiant SP1 sont ségrégatifs dès que le rapport E/C supérieur ou égal 0.35.

Les résultats précédents montrent clairement que le potentiel de ségrégation d'un coulis adjuvanté dépend en premier lieu de l'efficacité de dispersion des grains du ciment par l'adjuvant.

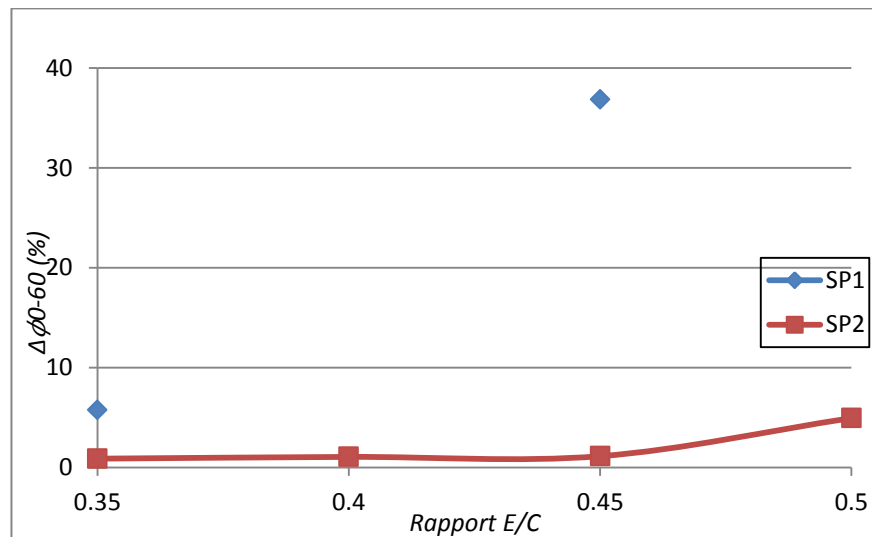


Figure 5- 2 : Diminution de la fraction solide de la partie haute du tube au repos des coulis avec 1% de SP1 et avec 1% de SP2 en fonction du rapport E/C

5.2.2 Ségrégation sous cisaillement

Afin d'évaluer l'influence de la nature de superplastifiant sur la ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement, nous présentons dans cette section les résultats des essais de caractérisation concernant les variations de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé dans le rhéomètre et les variations de contrainte de cisaillement sous les différents cycles du protocole de caractérisation.

5.2.2.1 Variation de la fraction solide

La Figure 5- 3 présente la diminution de la fraction solide des coulis au cours du premier cycle du premier cycle ($\Delta\phi_{0-2}$) en fonction du rapport E/C. Nous constatons en premier lieu

que seul le coulis de rapport E/C 0,35 avec 1,0% de SP2 est quasiment stable sous cisaillement ($\Delta\phi_{0-2}$ inférieur à 2.5%).

Nous constatons en deuxième lieu que, dans le cas de coulis adjuvanté avec le superplastifiant SP2, l'accroissement de $\Delta\phi_{0-2}$ est d'autant plus rapide que le rapport E/C est élevé. Ce phénomène est dû au changement du comportement du coulis de moins ségrégatif pour une forte concentration volumique de ciment à plus ségrégatif pour une faible concentration volumique comme cela été observé pour le superplastifiant SP1 précédemment dans le chapitre 4.

Par ailleurs, la Figure 5- 3 montre également que $\Delta\phi_{0-2}$ pour les coulis adjuvantés avec SP1 est beaucoup plus important que celui des coulis adjuvantés avec SP2. Ceci est bien corrélé avec les résultats de l'essai de ségrégation statique, ce qui confirme la différence de l'action de ces deux superplastifiants sur la ségrégation des coulis cimentaires.

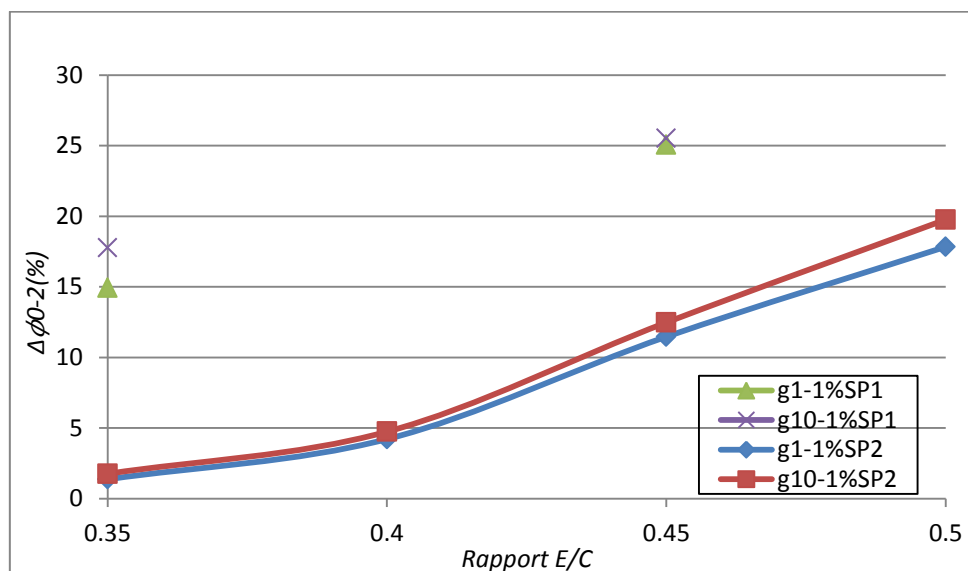


Figure 5- 3 : Diminution de la fraction solide au cours du premier cycle de cisaillement des coulis adjuvantés avec 1,0 % de SP1 et avec 1,0 % de SP2 en fonction du rapport E/C pour le gap de 1 mm et 10 mm

5.2.2.2 Variation de la contrainte de cisaillement

Les figures de Figure 5- 4 à Figure 5- 7 illustrent la variation de la contrainte de cisaillement des coulis adjuvantés avec 1,0 % de superplastifiant SP2 dont le rapport E/C varie de 0,35 à 0,50 lors des différentes étapes du protocole pour les deux gaps de 1 mm et 10 mm.

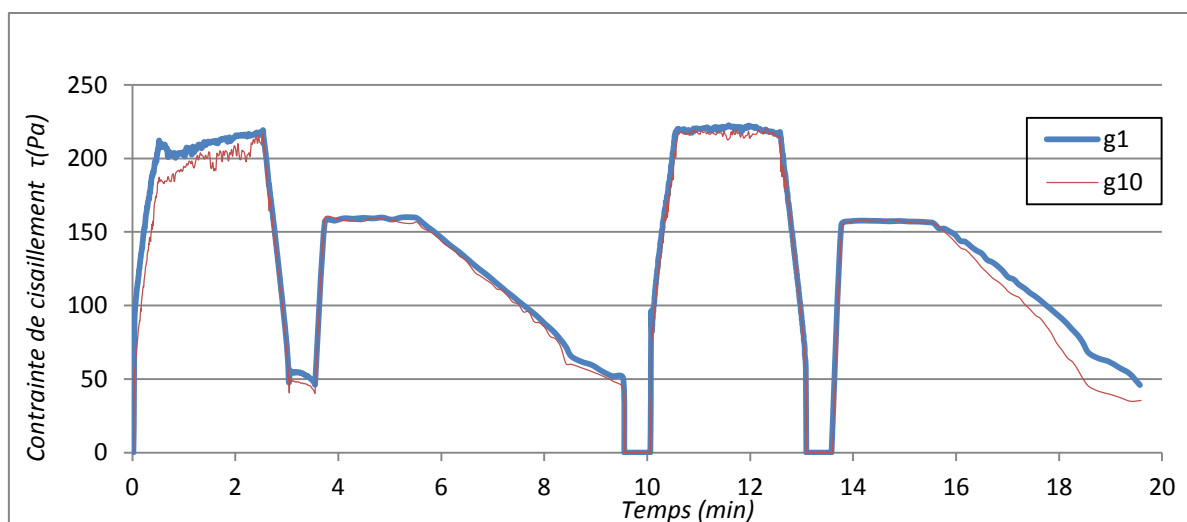


Figure 5- 4 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.35 avec 1,0 % de SP2

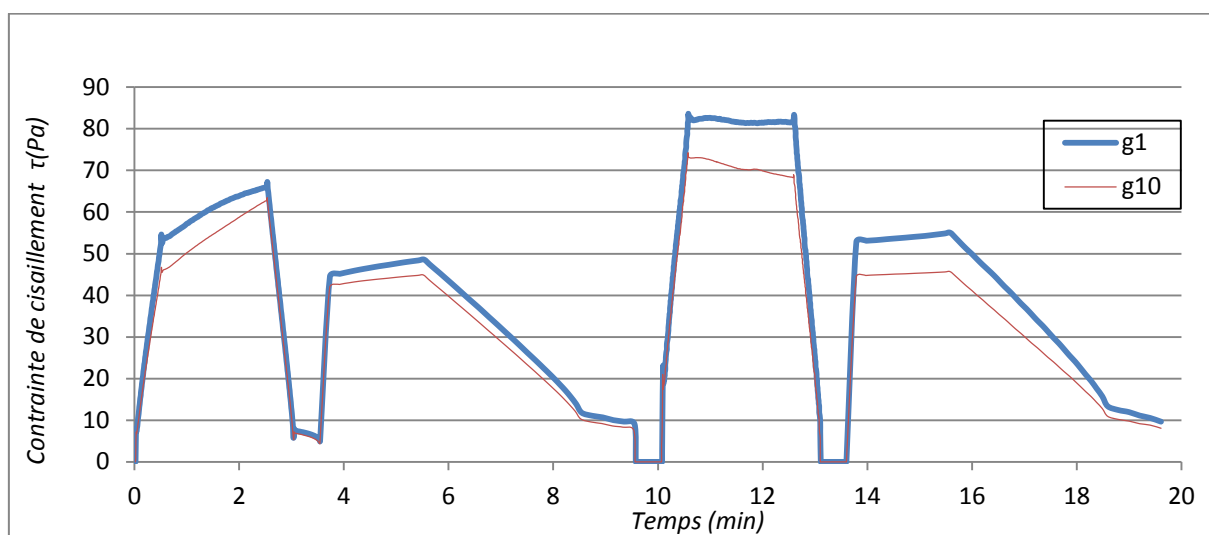


Figure 5- 5 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.40 avec 1,0 % de SP2

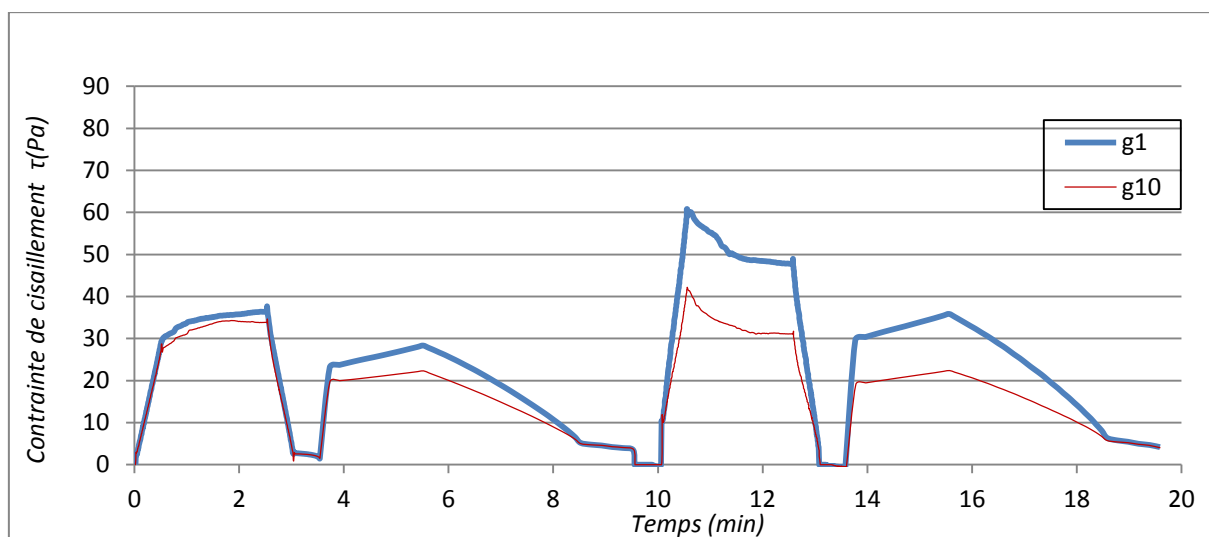


Figure 5- 6 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.45 avec 1,0 % de SP2

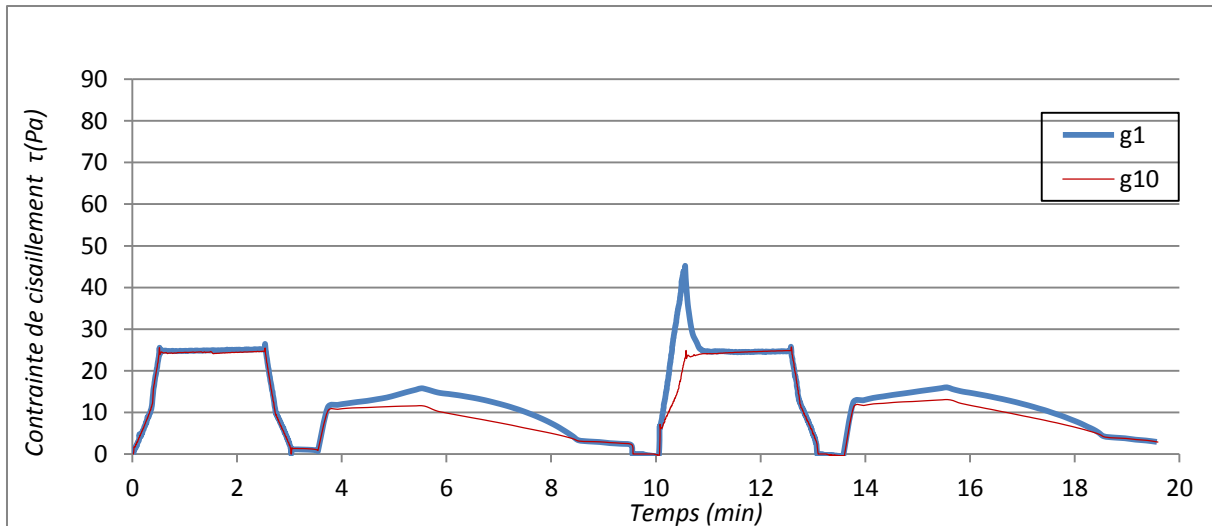


Figure 5- 7 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.50 avec 1,0 % de SP2

Nous pouvons constater que la différence de contrainte de cisaillement mesurée entre le gap de 1 mm et le gap de 10 mm lors de phase descendante du taux de cisaillement augmente progressivement avec le rapport E/C comme cela a été observé avec superplastifiant SP1. Uniquement le coulis de rapport E/C 0,35 présente des valeurs de contrainte de cisaillement quasi indépendant du gap, ce qui signifie que ce coulis est quasiment stable sous cisaillement en conformant avec la diminution de la fraction solide (Figure 5- 3). Au contraire, le coulis de rapport E/C 0,50 présente un écart de valeur de contrainte de cisaillement important entre des mesures avec le gap de 1 mm et celle avec le gap de 10 mm. Il présente aussi un pic de remaniement important au deuxième palier de pré-cisaillement. Ceci est également bien corrélé avec les diminutions de la fraction solide à la fin du premier cycle (Figure 5- 3). Il faut souligner que les coulis ségrégatifs adjuvés avec 1,0 % de SP2 et de rapport E/C 0.40 ou supérieur présentent des mêmes comportements rhéologiques particuliers avec ceux adjuvés avec SP1 que nous avons constaté dans le chapitre 4.

Afin de mettre en évidence l'influence de la nature du superplastifiant sur la ségrégation des coulis, nous comparons ci-dessous les coulis adjuvés avec SP1 et SP2 qui ont le même rapport E/C et la même valeur d'étalement au mini-cône.

La Figure 5- 8 illustre les évolutions de la contrainte de cisaillement du coulis de rapport E/C 0.45 avec 0.2% de SP1 et celui de même rapport E/C avec 1% de SP2 qui ont la même valeur d'étalement au mini-cône (37cm). Des évolutions de contrainte de cisaillement très similaires ont été obtenues pour ces deux coulis telles que l'augmentation de contrainte au premier palier de pré-cisaillement relative au phénomène de restructuration du coulis,

l'intensité du pic de contrainte au deuxième palier de pré-cisaillement dû au remaniement du coulis. Il faut souligner que ces deux coulis ont également la même valeur de diminution de la fraction solide à la fin du premier cycle ($\Delta\phi_{0-2}$ environ égale à 12 %).

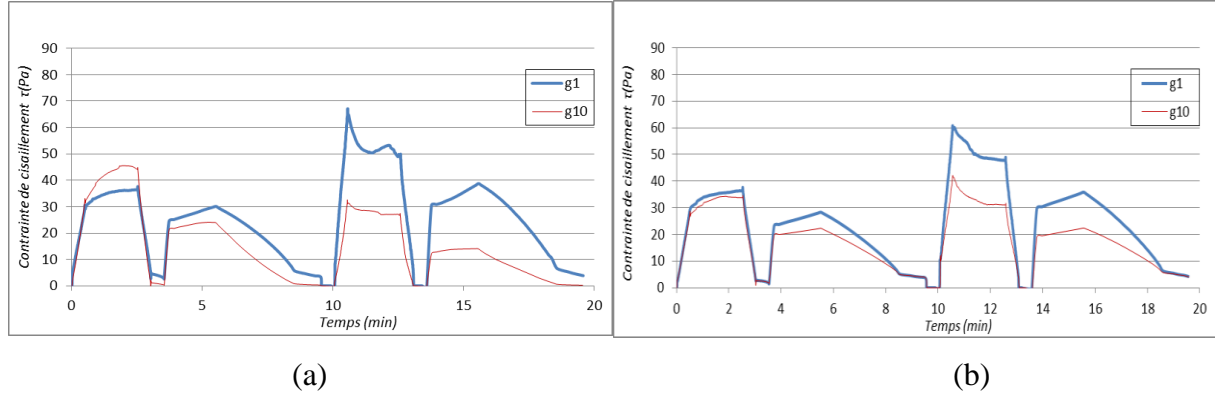


Figure 5- 8 : Comparaison de la variation de la contrainte de cisaillement des coulis de rapport E/C 0,45 (a) avec 0,2 % de SP1 et (b) avec 1,0 % de SP2

D'autres comparaisons similaires sont aussi observées pour les coulis adjuvanté avec SP1 et SP2 qui ont le même rapport E/C et la même valeur d'étalement au mini-cône. Nous pensons que, l'effet des deux superplastifiants utilisés sur la ségrégation des coulis cimentaires dépend seulement de leur capacité de dispersion des particules de ciment, et du point de vue quantitatif le superplastifiant SP1 est environ 5 fois plus efficace que le superplastifiant SP2 pour un même dosage dans la plage des valeurs d'adjuvantation habituelle.

5.3 Influence de l'agent de viscosité

L'agent de viscosité est incorporé dans les mélanges cimentaires pour assurer une meilleur cohésion interne et améliorer la déformabilité du mélange sans compromettre la stabilité. Afin d'évaluer l'efficacité des agents de viscosité à stabiliser la ségrégation du coulis, nous avons introduit dans le coulis de rapport E/C 0,45 avec 1,0 % de superplastifiant SP1 qui est fortement ségrégatif, l'agent de viscosité AV avec un dosage variable de 0,03 à 0,1 %.

5.3.1 Ségrégation statique

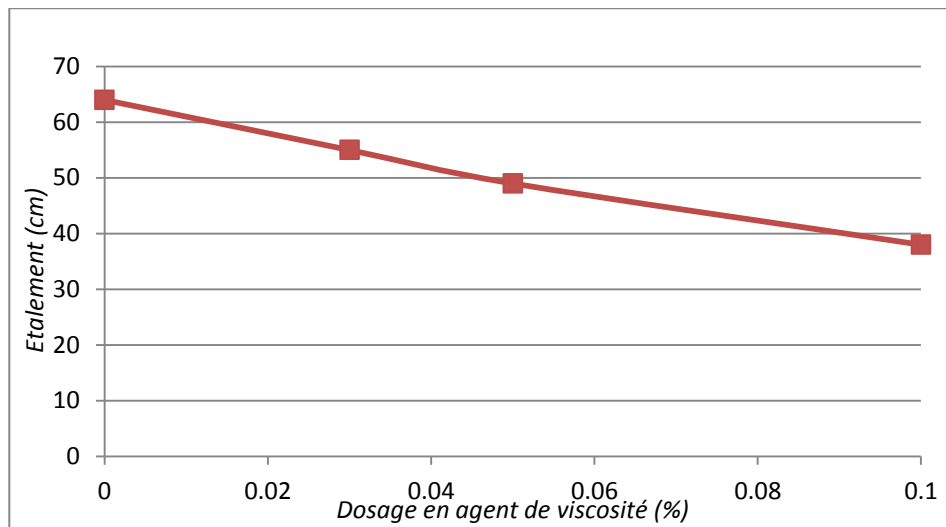


Figure 5- 9 : Variation d'étalement du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 en fonction dosage en agent de viscosité

La Figure 5- 9 présente la variation d'étalement des coulis cimentaires étudiés au mini-cône en fonction du dosage en agent de viscosité. Nous pouvons constater que l'étalement diminue proportionnellement au dosage en agent de viscosité. Ce phénomène est certainement lié au mécanisme d'action de l'agent de viscosité qui diminue la mobilité des molécules d'eau. Nous avons également observé que les coulis avec l'agent de viscosité semblent stables au niveau d'étalement même à très faible dosage (0,03%).

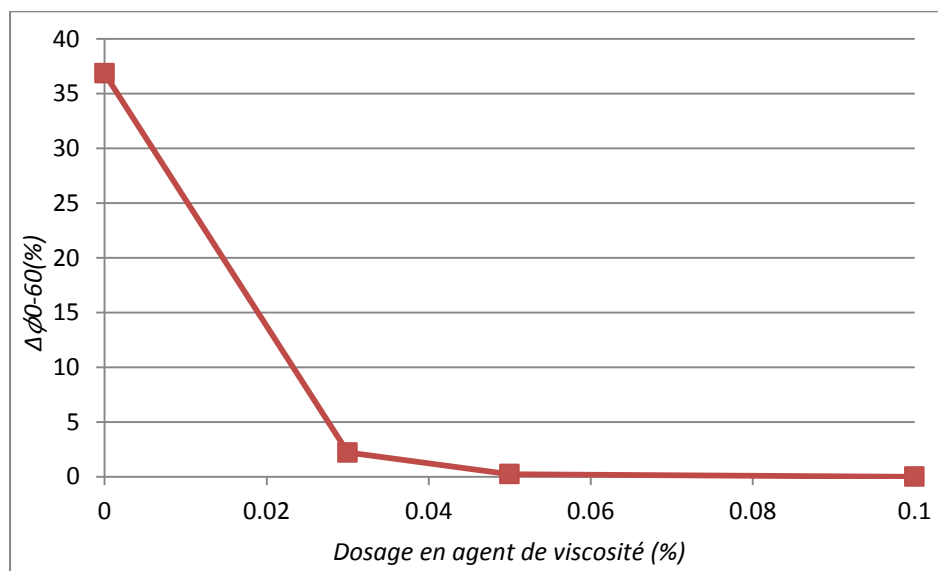


Figure 5- 10 : Diminution de la fraction solide mesurée expérimentale par l'essai statique après 60 minutes du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 en fonction du dosage en agent de viscosité

Comme le montre la Figure 5- 10, la diminution de la fraction solide dans la partie haute du tube des coulis étudiés à l'état statique après 60 minutes diminue fortement avec l'ajout d'agent de viscosité. L'agent de viscosité entraîne d'une augmentation importante de la stabilité du coulis ségrégatif caractérisée par la disparition de la couche précipitée au fond du tube au repos. Ce phénomène de stabilisation a lieu même avec très faible dosage d'agent de viscosité (0,03%), ce qui confirme l'efficacité de ce type d'adjuvant pour améliorer la résistance à la ségrégation et au ressuage du coulis au repos.

5.3.2 Ségrégation sous cisaillement

5.3.2.1 Variation de la fraction solide

La Figure 5- 11 présente la diminution de la fraction solide au cours du premier cycle de cisaillement $\Delta\phi_{0-2}$ des coulis étudiés en fonction du dosage en agent de viscosité pour les deux gaps de 1 mm et de 10 mm. Nous pouvons constater que la $\Delta\phi_{0-2}$ décroît significativement avec l'augmentation du dosage en agent de viscosité, bien que la diminution de la fraction solide du coulis mesurée à gap 10 mm est toujours plus importante que celle mesurée à gap 1mm.

Nous constatons également qu'une fois que le dosage en agent de viscosité atteint 0,1%, la diminution de la fraction solide du coulis devient très faible, moins de 2,5%, ce qui signifie que le coulis est stable sous cisaillement. Cela nous permet donc de conclure que l'ajout d'agent de viscosité peut stabiliser la ségrégation des coulis sous cisaillement.

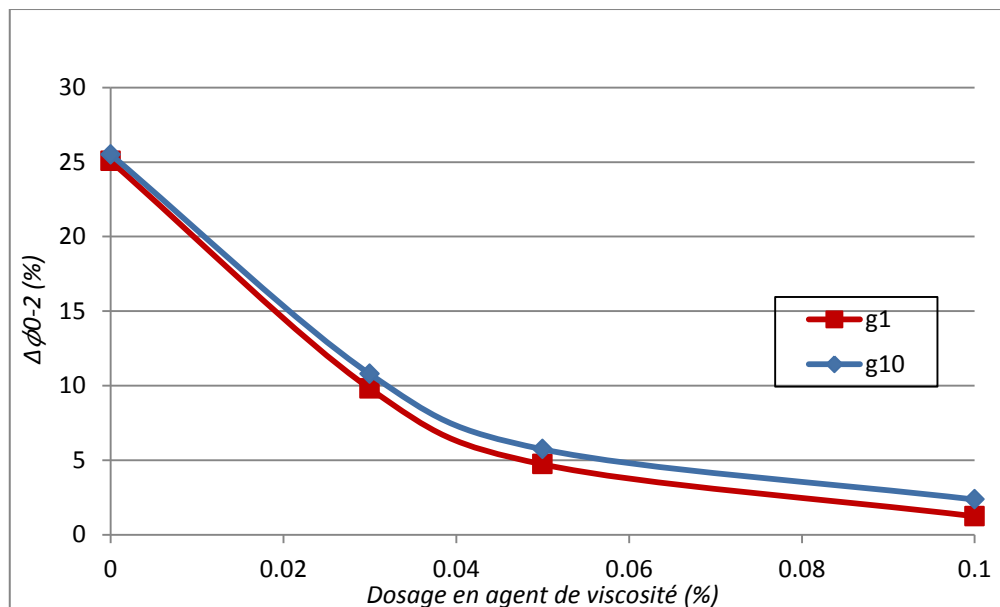


Figure 5- 11 : Diminution de la fraction solide à la fin du premier cycle du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 en fonction du dosage en agent de viscosité

5.3.2.2 Variation de la contrainte de cisaillement

Les figures de Figure 5- 12 à Figure 5- 15 illustrent l'évolution de la contrainte de cisaillement des coulis étudiés dont le dosage en agent de viscosité est compris entre 0% et 0,1%.

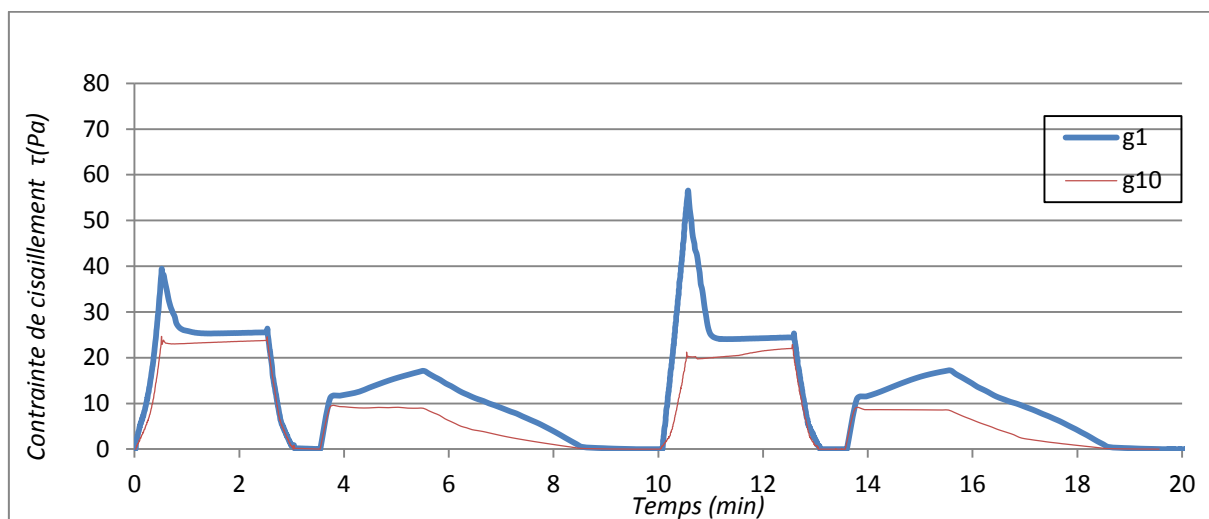


Figure 5- 12 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et sans AV

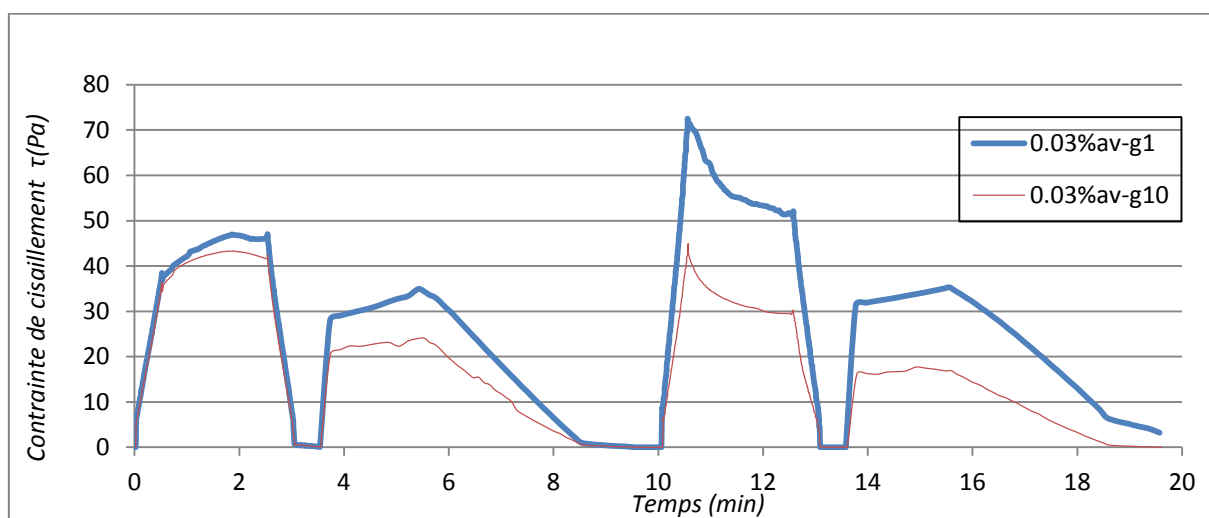


Figure 5- 13 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et 0.03% de AV

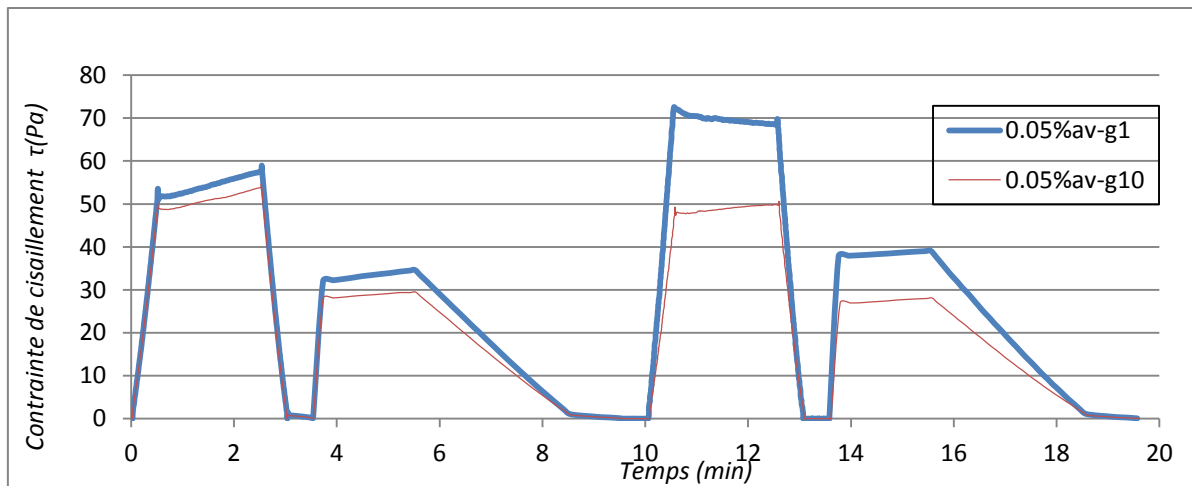


Figure 5- 14 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et 0.05 % de AV

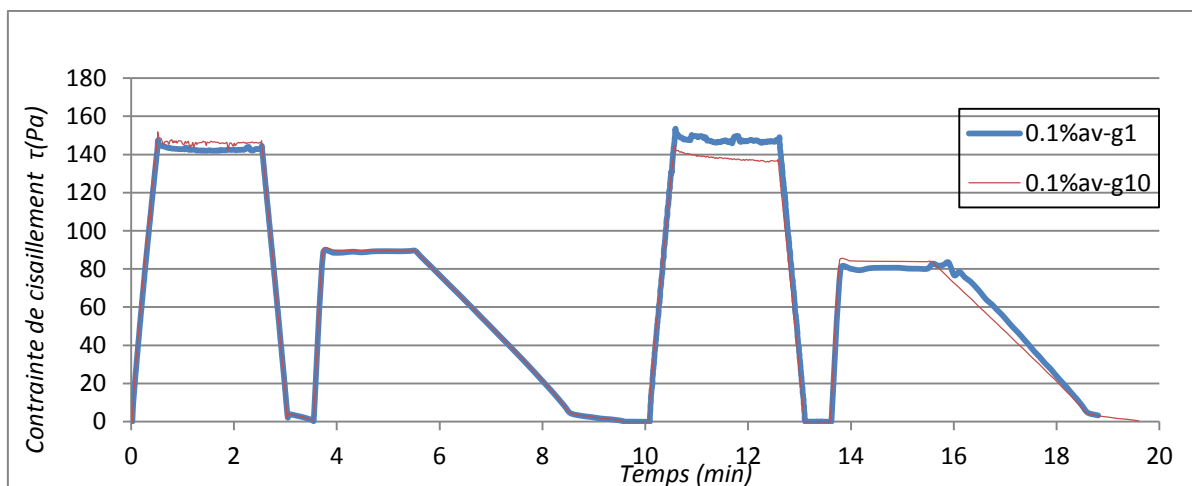


Figure 5- 15 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et 0.10 % de AV

Nous remarquons en premier lieu que la viscosité des coulis augmente en fonction du dosage en agent de viscosité. Ceci peut être expliqué par le fait que les chaînes polymériques de l'agent de viscosité sont associées les unes aux autres sous l'effet des forces attractives de Van der Waals ou à travers les ponts d'hydrogène pour former des réseaux qui emprisonnent et donc diminuent la mobilité des molécules d'eau, augmentant par conséquent la viscosité de l'eau interstitielle et celle du coulis (Khayat 1998).

Nous constatons en deuxième lieu que l'écart de contrainte de cisaillement obtenue pour les deux gaps et l'intensité du pic de contrainte au deuxième palier de pré-cisaillement diminuent avec l'augmentation du dosage en agent de viscosité. Avec un dosage de 0,1 %, le coulis présente une évolution de contrainte de cisaillement quasi indépendante du gap et le pic de contrainte de cisaillement au deuxième palier de pré-cisaillement a complètement disparu. Ce phénomène est facile à expliquer si l'on tient compte du rôle de l'amélioration la

résistance de ségrégation de l'agent de viscosité, ce que nous avons montré dans la partie de variation de la fraction solide précédente (§5.3.2.1). En effet, la ségrégation du coulis diminue au fur et à mesure avec la croissance du dosage en agent de viscosité. À partir d'un dosage suffisamment élevé (0,1 %), le coulis devient stable sous cisaillement, la phase ségrégative du coulis au fond du rhéomètre ne se forme plus conduisant à une évolution de la contrainte de cisaillement indépendant du gap et une disparition du pic de remaniement à très fort taux de cisaillement.

5.4 Influence de l'addition calcaire

Afin d'évaluer l'influence de l'addition calcaire sur la ségrégation des coulis cimentaires, nous avons substitué 30 % du volume du le ciment par le calcaire CA dans plusieurs coulis cimentaires adjuvants tout en gardant constante la fraction solide initiale. Le Tableau 5-2 présente la composition des coulis cimentaires étudiés.

E/L	0.366	0.418	0.470	0.522
Φ_0	0.476	0.442	0.414	0.388
SP1 (%)	0.2 / 0.4 / 1	0.4	0.4 / 1	0.4

Tableau 5- 2 : Composition des coulis cimentaires avec 30 % de substitution du ciment par l'addition calcaire.

5.4.1 Ségrégation statique

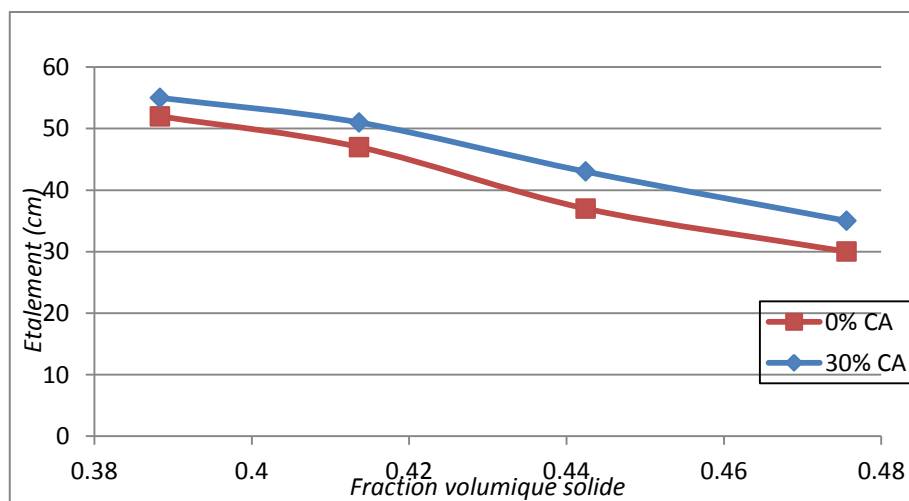


Figure 5- 16 : Variation de l'étalement des coulis avec 0,4 % de SP1 avec et sans addition calcaire en fonction de la fraction solide

La Figure 5- 16 présente la comparaison de la variation de l'étalement des coulis avec 0,4 % de SP1 avec et sans addition calcaire. Nous observons que la substitution de 30 % de ciment par le filler calcaire entraîne une augmentation légère de l'étalement. Ceci signifie que l'introduction d'addition calcaire CA avec la surface spécifique Blaine de $0,79 \text{ m}^2/\text{g}$ permet une diminution du besoin en eau.

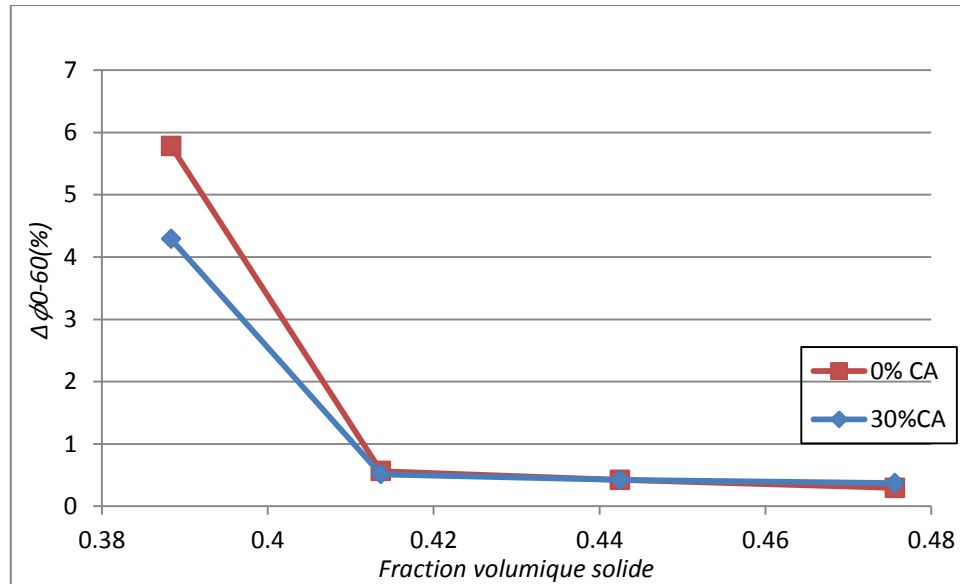


Figure 5- 17 : Diminution de la fraction solide de la partie haute du tube au repos des coulis avec 0,4 % de SP1 avec et sans addition calcaire

En ce qui concerne la diminution de la fraction solide du coulis à l'état statique, comme le montre la Figure 5- 17 ci-dessus, l'utilisation de l'addition calcaire CA n'entraîne pas de modification importante du comportement des coulis cimentaires lorsque ceux-ci sont stables ($\phi_0 \geq 0,414$). En revanche, l'addition calcaire CA entraîne une légère diminution du potentiel de ségrégation du coulis instable et ceci malgré le gain de fluidité de ce coulis comme il a été constaté par les essais d'étalement (Figure 5- 16)

5.4.2 Ségrégation sous cisaillement

5.4.2.1 Variation de la fraction solide

Afin de mettre en évidence l'influence d'addition calcaire sur la ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement, nous étudions, dans un premier temps, les coulis dont le rapport E/L est de 0,366 et de 0,470 en comparaison avec les coulis de même fraction solide sans addition (Figure 5- 18).

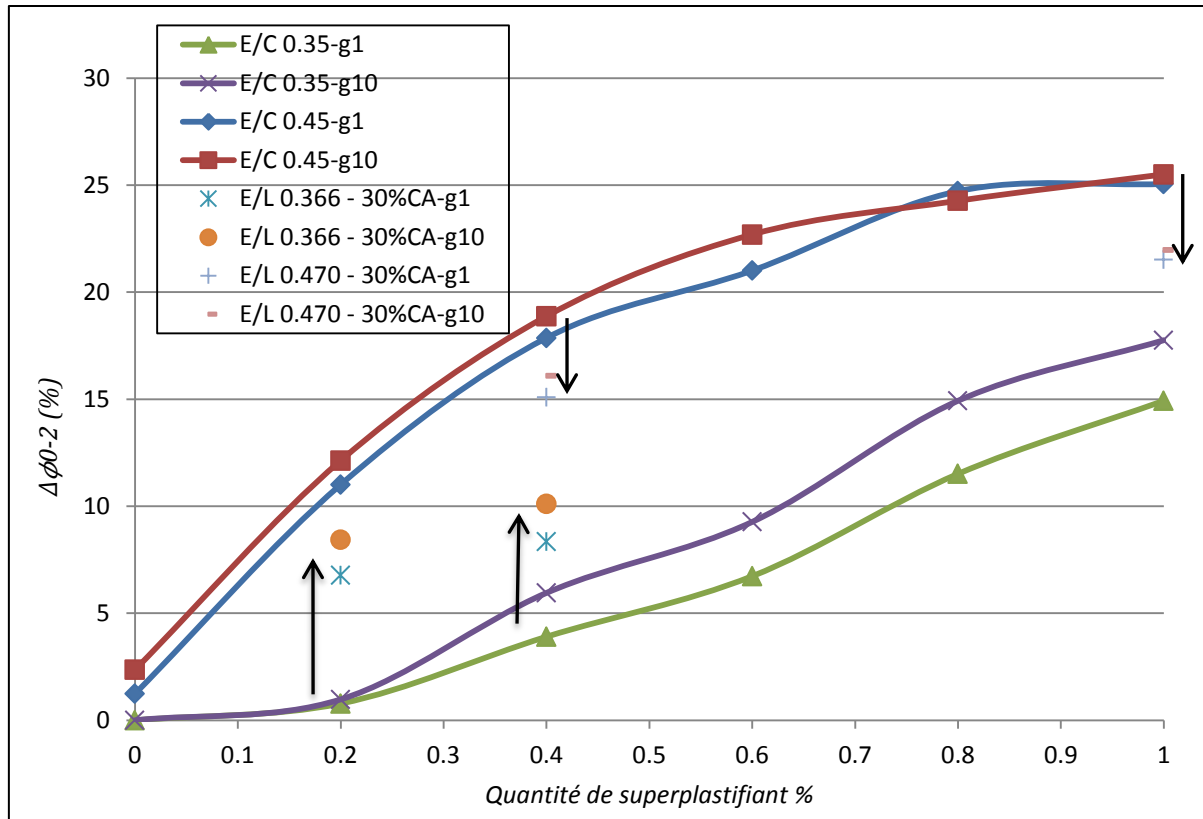


Figure 5- 18 : Influence de filler calcaire sur la diminution de la fraction solide des coulis au cours du premier cycle de la caractérisation rhéométrique en fonction de la quantité de superplastifiant

Nous constatons que l'ajout d'addition calcaire a une influence importante sur le potentiel de ségrégation des coulis cimentaires sous cisaillement. En effet, pour le coulis le plus concentré en liant ($\phi_0 = 0,476$), la $\Delta\phi_{0-2}$ augmente avec l'addition de 30% de filler calcaire CA. En plus, dans le cas de coulis avec 0,2 % de superplastifiant SP1 qui est quasiment stable sans addition, l'ajout de l'addition calcaire produit un effet de déstabilisation constatée par une augmentation importante de $\Delta\phi_{0-2}$ ($\Delta\phi_{0-2} \geq 6,77\%$).

En revanche, pour le coulis de faible concentration solide ($\phi=0.414$), nous constatons que l'utilisation de 30% de filler calcaire permet de diminuer le potentiel de ségrégation indiqué par une baisse de $\Delta\phi_{0-2}$. Ce phénomène est aussi observé pour tous le coulis dont le dosage en superplastifiant SP1 était de 1,0 %.

Pour mieux comprendre l'influence de l'addition calcaire sur la ségrégation des coulis cimentaire, nous présentons la diminution de la fraction solide $\Delta\phi_{0-2}$ des quatre coulis adjuvantés avec 0,4 % de SP1 en fonction de leur fraction volumique (Figure 5- 19).

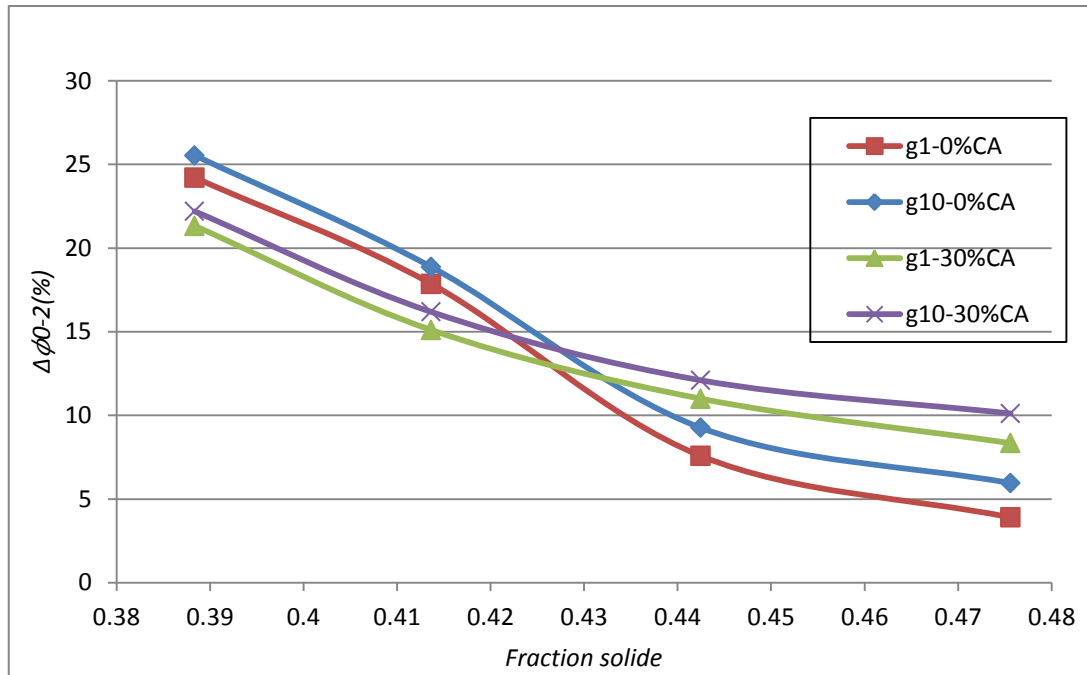


Figure 5- 19 : Diminution de la fraction solide pendant le premier cycle de cisaillement des coulis adjuvantés de 0,4 % de SP1 avec et sans calcaire en fonction de la fraction solide initiale

Nous constatons que l'action du filler calcaire sur la $\Delta\phi_{0-2}$ diverge selon la fraction solide initiale du coulis produisant soit une amplification soit une atténuation la ségrégabilité des coulis selon que le coulis soit plus ou moins concentré. Par ailleurs, il est intéressant de constater que l'utilisation d'addition calcaire permet de «régulariser» la courbe de la variation de la diminution de fraction solide des coulis adjuvanté avec 0,4 % de superplastifiant SP1 qui, sans addition, présente un changement brusque pour une fraction volumique initiale située entre 0,414 et 0,428 (voir chapitre 4 & 4.3.2.2).

On peut conclure que l'influence de l'addition calcaire sur la ségrégation des coulis dépend de leur concentration volumique en liant et non de leur état de stabilité initiale. Pour les coulis fortement concentrés (ϕ_0 0,442 ou plus), l'utilisation de filler calcaire CA augmente significativement la ségrégation sous cisaillement, tandis que dans le cas des coulis de faible concentration volumique (ϕ_0 0,414 ou moins), le filler calcaire CA a un effet d'atténuation de ségrégation.

Nous pensons que ce phénomène prend son origine à la différence de granulométrie entre des particules de ciment et ceux de filler calcaire. En effet, dans les coulis de faible concentration volumique, l'espace entre des particules de ciment dans la structure floculée du coulis est assez important et qui peut probablement être rempli partiellement par les grains de

filler calcaire qui sont plus fins. Ce remplissage augmente probablement la liaison des particules dans la suspension et améliore la stabilité du coulis. En revanche, pour les coulis plus concentrés, la distance entre des particules de ciment est moins importante. La substitution d'une partie de ciment par le calcaire dont la finesse est plus grande, permet une optimisation de l'empaillement granulaire dans la suspension, la rendant plus fluide et facilitant aussi la ségrégation des particules le plus gros du ciment et du calcaire, amplifiant aussi le phénomène de ségrégation. Il est important de souligner que les particules de ciment et de calcaire précipitent de même manière. Ceci est confirmé par l'analyse de la couche précipitée au fond du rhéomètre dans le cas du coulis adjuvanté avec 1,0 % de SP1 et substitué avec 30% de CA.

5.4.2.2 Variation de la contrainte de cisaillement

Afin de mettre en exergue l'influence de l'addition calcaire sur la ségrégation et le comportement rhéologique des coulis, nous faisons la comparaison ci-dessous entre des coulis adjuvantés avec et sans addition calcaire.

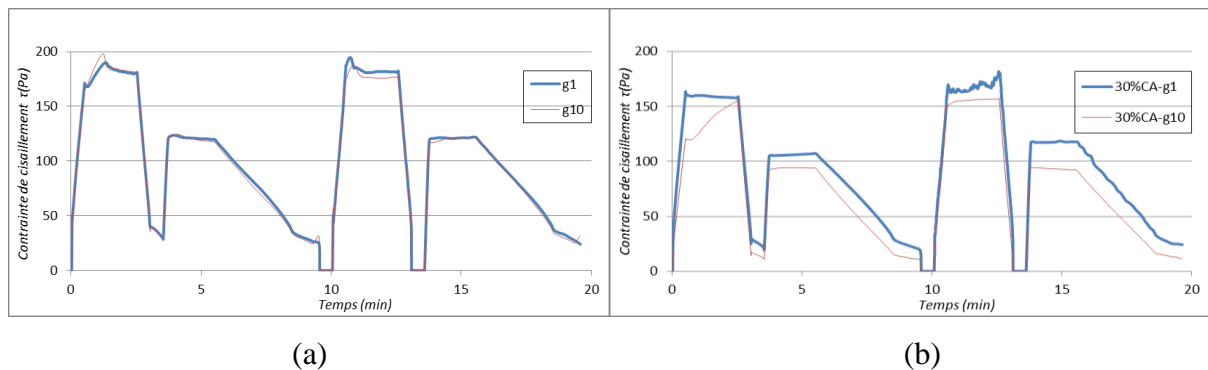


Figure 5- 20 : Comparaison de variation de la contrainte de cisaillement des coulis de fraction volumique initiale $\phi_0 0,476$ avec 0,2 % de SP1(a) sans addition et (b) avec 30 % addition calcaire

Nous constatons sur la Figure 5- 20 lors de la présence de l'addition calcaire, la contrainte de cisaillement mesuré avec le gap de 1 mm est plus importante que celle mesuré avec le gap de 10 mm. Alors que le coulis sans addition présente une contrainte de cisaillement indépendante du gap. Cela signifie que 30 % de calcaire en substitution du ciment compromet la stabilité du coulis. Ce résultat est bien corrélé avec l'évolution de la fraction solide que nous avons présenté précédemment.

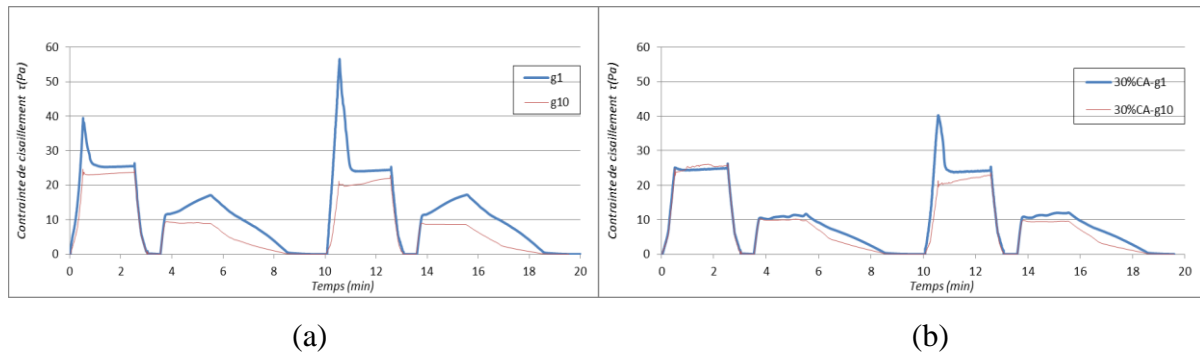


Figure 5- 21 : Comparaison de variation de la contrainte de cisaillement des coulis de fraction volumique initiale $\phi_0 0,414$ avec 1 % de SP1(a) sans addition et (b) avec 30 % addition calcaire

La Figure 5- 21 présente l'influence d'addition calcaire sur la variation de contrainte de cisaillement, pour le coulis de fraction volumique initiale $\phi_0 0,414$ adjuvanté avec 1 % de SP1. Nous constatons que même si l'introduction de l'addition calcaire ne modifie pas fondamentalement le comportement rhéologique du coulis ségrégatif, elle tend à diminuer l'écart de contrainte pour les deux gaps ainsi que l'intensité du pic de contrainte aux paliers de pré-cisaillement. Ceci confirme l'effet favorable à la diminution de la ségrégation dans le cas des coulis de faible concentration volumique.

5.5 Evaluation du potentiel de ségrégation des coulis cimentaires

Dans le chapitre 4, nous avons défini un critère rhéométrique de ségrégabilité noté S_g qui permet de bien évaluer le potentiel de ségrégation des coulis non adjuvantés ou adjuvantés avec superplastifiant SP1. Dans cette section, nous appliquons ce critère sur les coulis étudiés dans ce chapitre.

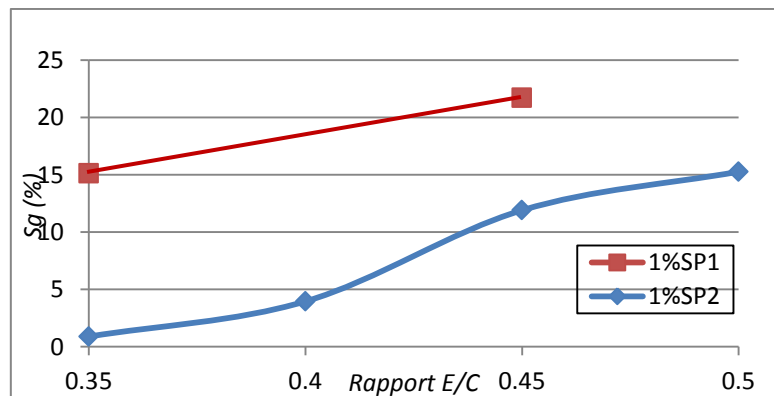


Figure 5- 22 : Variation du critère de ségrégabilité S_g des coulis avec 1% SP1 et 1%SP2 en fonction du rapport E/C

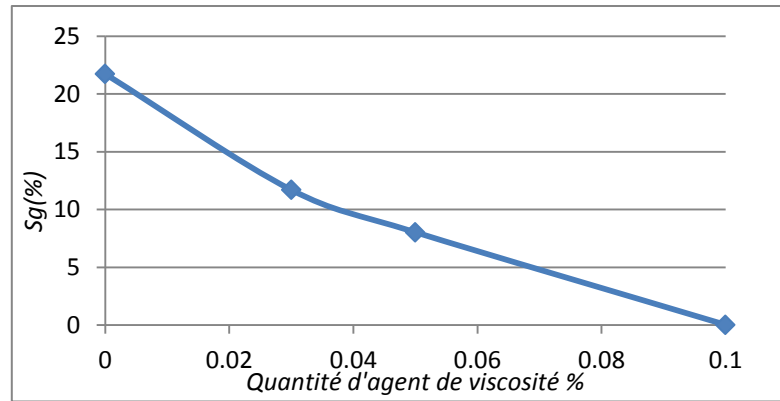


Figure 5- 23 : Variation du critère de ségrégabilité S_g du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1 % SP1 en fonction du dosage en agent de viscosité

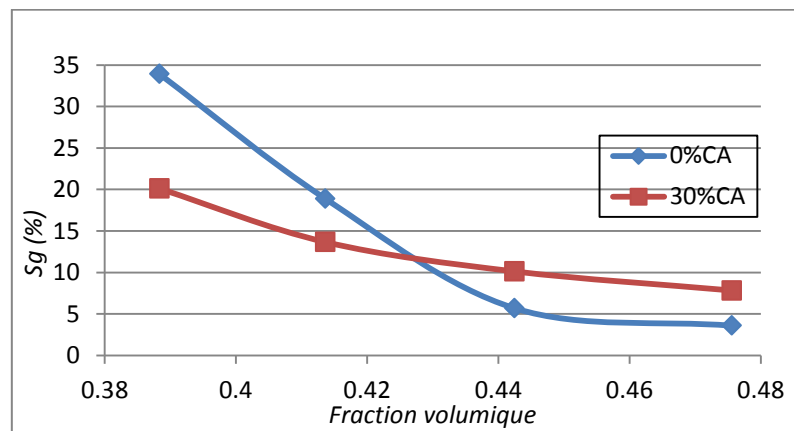


Figure 5- 24 : Variation du critère de ségrégabilité S_g pour les coulis adjuvantés avec 0,4 % SP1 avec ou sans addition calcaire en fonction de la fraction volumique initiale

Les figures de Figure 5- 22 à Figure 5- 23 illustrent la variation du critère de ségrégabilité des coulis en fonction des différents paramètres de composition étudiés (nature du superplastifiant, dosage en agent de viscosité et introduction de l'addition calcaire CA en substitution 30% du ciment). Leur comparaison avec la variation de la fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé au cours du premier cycle de cisaillement (Figure 5- 3, Figure 5- 11, Figure 5- 19 respectivement) montrent qu'il existe une bonne corrélation entre les valeurs de S_g et $\Delta\phi_{0-2}$.

Afin de mieux illustrer cette corrélation nous avons reporté sur la Figure 5- 25 les nouveaux points expérimentaux (concernant les coulis étudiés dans le chapitre 5) en conservant la droite de corrélation définie par les essais sur le rapport E/C et le dosage en superplastifiant SP1 étudié dans le chapitre précédent. Pour confirmer la bonne corrélation entre S_g et $\Delta\phi_{0-2}$, nous avons de plus présenté dans la Figure 5- 26 tous les points expérimentaux des coulis étudiés dans cette étude.

Nous constatons que le critère de rhéométrie de ségrégabilité maintient sa pertinence pour caractériser le potentiel de ségrégation des coulis sous cisaillement indépendant de la variation des paramètres de formulation.

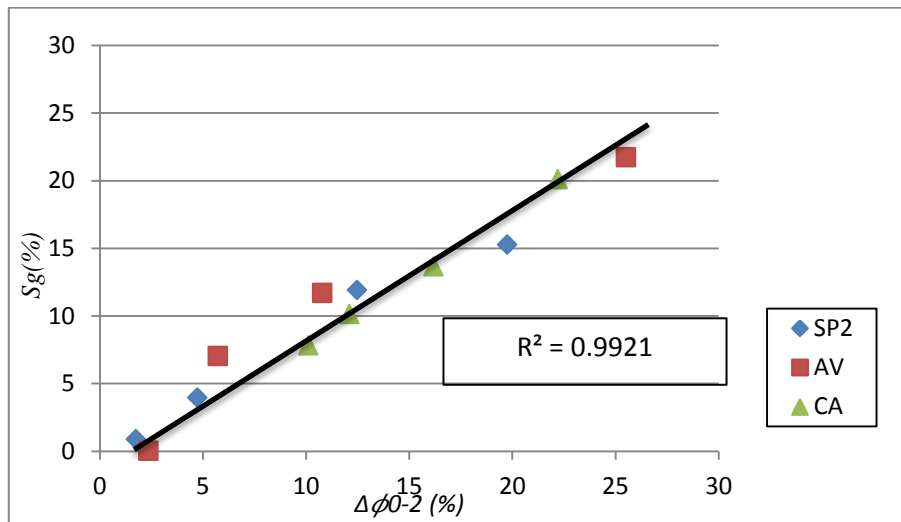


Figure 5- 25 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide $\Delta\phi_{0.2}$ pour les coulis étudiés dans le chapitre 5

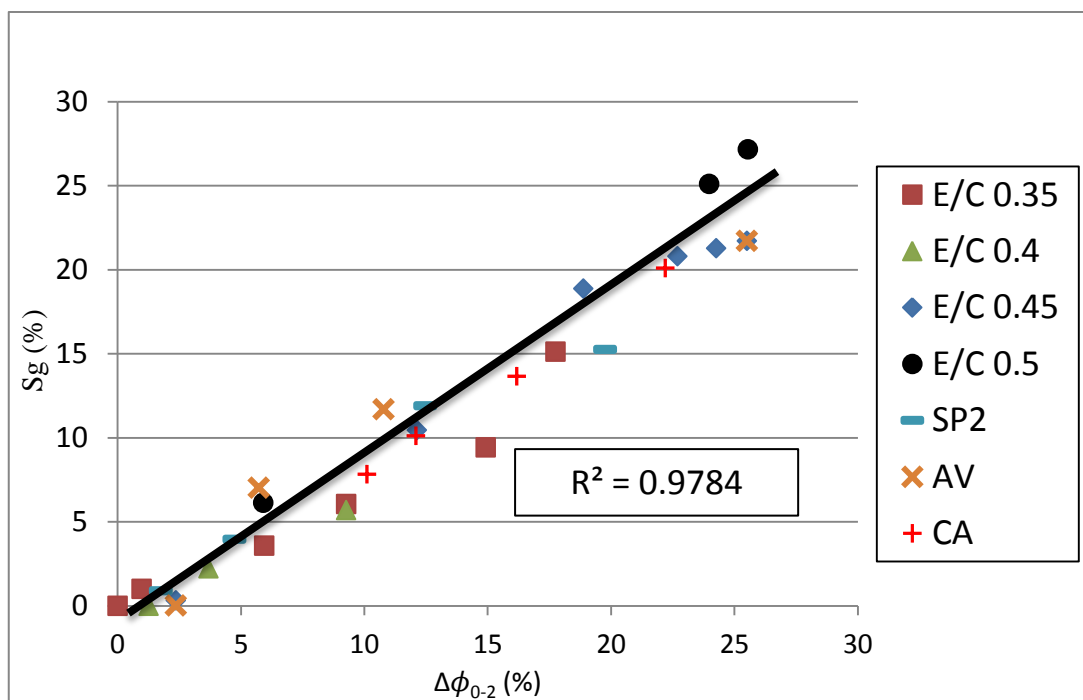


Figure 5- 26 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide $\Delta\phi_{0.2}$ pour tous les coulis étudiés dans cette étude

5.6 Conclusion

Dans ce chapitre, la ségrégation et le comportement rhéologique des coulis cimentaires de différentes compositions ont été étudiés expérimentalement de manière systématique. Nous avons appliqué avec succès la méthodologie spécifique de caractérisation de la ségrégabilité sous cisaillement pour des coulis avec différents superplastifiants, avec un adjuvant viscosant et avec une addition de filler calcaire. De plus, le critère de ségrégabilité S_g défini dans le chapitre 4 est toujours valable sur ces coulis.

Nous avons constaté que la capacité de dispersion des particules de ciment du superplastifiant influence fortement la ségrégation des coulis cimentaire. Plus l'efficacité du superplastifiant augmente, plus le risque de ségrégation sous cisaillement devient important.

Pour les coulis cimentaires adjuvantés d'agent de viscosité, nous avons constaté que la ségrégation des coulis cimentaire diminue avec la croissance du dosage en agent de viscosité. À partir d'un dosage suffisamment élevé, des coulis fortement ségrégatifs peuvent devenir stables grâce à cet adjuvant. Ceci est confirmé par une très faible diminution de la fraction solide et une variation de la contrainte de cisaillement indépendante du gap au cours de l'essai rhéologique.

L'influence de l'addition calcaire sur la ségrégation dépend de la concentration volumique du liant auquel elle participe. Pour les coulis de forte concentration volumique en liant, l'introduction de l'addition calcaire en substitution augmente significativement l'intensité de ségrégation sous cisaillement, tandis que le contraire est observé lorsque la concentration volumique du liant est faible.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Ce travail traite de la ségrégabilité de coulis cimentaires sous cisaillement. Son objectif était d'étudier, en premier lieu, la stabilité des coulis cimentaires pendant les essais rhéométriques en fonction de leurs caractéristiques de composition, de déterminer, en deuxième lieu, comment une éventuelle ségrégation influence les résultats de la caractérisation rhéologique et de définir, en troisième lieu, un critère permettant de quantifier l'amplitude de la ségrégation pendant les essais rhéométriques sans avoir recours à la vérification de l'homogénéité du coulis dans le rhéomètre qui est relativement lourde et difficile à mettre en œuvre.

Pour répondre à cet objectif multiple nous avons procédé à la mise au point d'un protocole spécifique, justifiée point par point, permettant, d'une part, la caractérisation du comportement rhéologique des coulis cimentaires sous cisaillement et, d'autre part, le suivi de leur état de stabilité au cours de cette caractérisation. Ce protocole se base sur un essai rhéométrique comportant deux cycles identiques composés plusieurs de paliers de taux de cisaillement variable de $0,1 \text{ s}^{-1}$ à 500 s^{-1} . Cet essai a été appliqué systématiquement deux fois sur des préparations de coulis indépendantes : une fois avec le gap de 1 mm et une fois avec le gap de 10 mm. La variation du gap au fond du rhéomètre fait varier le rapport volume cisailé – volume non cisailé du coulis dans le rhéomètre. Elle n'influe pas sur le comportement rhéologique des coulis stables. Nous avons démontré, en revanche, qu'elle influe significativement sur le comportement des coulis ségrégatifs. L'essai rhéométrique a été complété par des mesures de masse volumique de la partie haute et de la partie basse du volume cisailé du coulis dans le rhéomètre à des moments caractéristiques permettant de caractériser directement l'ampleur de la variation de la fraction volumique dans la hauteur du volume cisailée, induite par l'évolution de la ségrégation du coulis au cours de l'essai rhéométrique. Des essais de caractérisation de la stabilité au repos (essais statiques) ont été effectués, en parallèle, sur les mêmes coulis afin d'évaluer la contribution du cisaillement sur la ségrégabilité des coulis.

La confrontation de l'évolution du comportement rhéologique des coulis pendant l'essai rhéométrique aux mesures de la fraction volumique dans les différentes parties du rhéomètre a permis de discriminer le comportement des coulis ségrégatifs de ceux stables. Nous avons

démontré ainsi que les coulis ségrégatifs, en plus d'une nette influence du gap sur les valeurs de contrainte de cisaillement mesurées lors d'une phase décroissante du taux de cisaillement (habituellement utilisée pour déterminer le comportement rhéologiques de coulis homogènes), présentent également un pic caractéristique de contrainte de cisaillement lors le deuxième palier de pré-cisaillement à fort taux de cisaillement pour le gap de 1 mm. Ces comportements rhéologiques particuliers ne sont pas observés dans le cas des coulis stables.

En se basant sur le protocole spécifique déterminé, nous avons effectué une campagne d'essai sur les coulis cimentaires en variant le rapport E/C et le dosage en superplastifiant dans le but de déterminer, d'une part, l'influence du cisaillement sur la ségrégation et, d'autre part, les relations quantitatives probantes entre les grandeurs mesurables du comportement rhéologique sous cisaillement et la diminution de la fraction volumique dans la partie haute du volume cisailé dans le rhéomètre au cours des différentes étapes de l'essai de caractérisation rhéologique. Les résultats montrent clairement que des coulis stables au repos peuvent devenir ségrégatifs sous l'action du cisaillement. Ils ont permis, par ailleurs, de déterminer une valeur seuil entre stabilité et ségrégation sous cisaillement. Cette valeur seuil correspond à une diminution de la partie haute du volume cisailé de 2,5% au cours du premier cycle de l'essai rhéométrique. Au-delà de cette valeur seuil, le comportement rhéologique des coulis devient sensible au gap. En deçà de cette valeur, le coulis a un comportement indépendant du gap et peut être considéré comme quasi-stable. Ainsi, un diagramme de ségrégabilité des coulis au repos et sous cisaillement en fonction du rapport E/C et du dosage en superplastifiant a pu être tracé. Il a permis de démontrer que :

- L'augmentation du rapport E/C (ou la diminution de la fraction volumique solide) augmente la ségrégabilité du coulis. L'instabilité sous cisaillement commence à apparaître dès le rapport E/C 0,45 tout en restant inférieure au seuil critique (coulis quasi-stable). L'instabilité sous cisaillement est manifeste pour le coulis de rapport E/C 0,50 alors que ce coulis est quasi-stable au repos.
- L'amplification du phénomène de ségrégation sous cisaillement est beaucoup plus sensible au dosage en superplastifiant qu'au rapport E/C. Au repos, 0,8% de superplastifiant SP1 sont nécessaires pour rendre instable le coulis de rapport E/C 0,35 ; 0,6% de SP1 pour rendre instable le coulis de E/C 0,45 et 0,2% de SP1 pour rendre instable le coulis de E/C 0,50. Sous cisaillement, tous les coulis avec

superplastifiant ségrégent, à l'exception du coulis de rapport E/C 0,35 avec 0,2% de SP1.

- La combinaison d'un rapport E/C important ($\geq 0,45$) avec un dosage en superplastifiant important ($\geq 0,4$) conduit vers une valeur limite supérieure de la ségrégation dans le rhéomètre qui se caractérise par l'élimination de tous les particules les plus gros du ciment dans la partie haute du volume cisailé au cours du premier cycle de l'essai rhéométrique ainsi que par la formation d'un précipité dense au fond du rhéomètre qui est remanié partiellement lors du pré-cisaillement à fort taux de cisaillement lors du deuxième cycle. Ces résultats posent clairement la question de la validité des caractérisations rhéologiques des coulis de fort rapport E/C et/ou en présence de dosages en superplastifiant élevés.

Par ailleurs, l'analyse détaillée du comportement rhéologique en fonction du gap en confrontation avec les mesures de la fraction volumique solide dans les différentes parties du rhéomètre a permis de déterminer un critère rhéométrique quantitatif de la ségrégabilité des coulis cimentaires sous cisaillement. Ce critère exprime la différence relative des contraintes de cisaillement mesurées avec le gap de 1 mm et de 10 mm, au palier de taux de cisaillement de 300 s^{-1} . Ce critère est très fortement corrélé ($R^2 = 0.98$) avec la diminution de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé du coulis au cours de premier cycle de cisaillement. Il permet donc de s'affranchir des mesures de la fraction solide pour identifier et quantifier la présence d'une ségrégation dans le rhéomètre pendant la caractérisation rhéologique.

L'application du protocole spécifique et du critère de ségrégabilité rhéométrique aux coulis de composition variable nous a permis d'évaluer enfin l'influence des paramètres tels que la nature du superplastifiant, la présence d'agent de viscosité ou l'addition de filler calcaire en substitution du ciment, sur la ségrégabilité des coulis. Les résultats montrent que :

- L'efficacité de dispersion des particules de ciment par le superplastifiant influence fortement sur la ségrégation des coulis cimentaire. Plus l'efficacité du superplastifiant augmente, plus le risque de ségrégation sous cisaillement devient important. De plus, le comportement rhéologique particulier des deux coulis ségrégatifs avec des superplastifiants différents reste identique si la diminution de la fraction solide dans la partie haute du volume cisailé dans le rhéomètre à la fin

du premier cycle est équivalente. De par ce fait, le critère de ségrégabilité rhéométrique reste indépendant de la nature du superplastifiant et dépend uniquement de son efficacité à disperser les particules du ciment dans l'eau. De plus, grâce à ce critère, il est possible de comparer l'efficacité des différents superplastifiants. Dans notre cas, par exemple, le superplastifiant SP1 est 5 fois plus efficace que le superplastifiant SP2 pour des dosages en superplastifiants courants.

- L'ajout d'agent de viscosité dans les coulis ségrégatifs diminue le potentiel de ségrégation de ces coulis. À partir d'un dosage suffisamment élevé, des coulis fortement ségrégatifs peuvent devenir stables grâce à cet adjuvant.
- L'influence de l'addition calcaire sur la ségrégation des coulis dépend de leur concentration volumique en liant et non de leur état de stabilité initiale. Pour les coulis de forte concentration volumique en liant, l'introduction de l'addition calcaire en substitution augmente significativement l'intensité de ségrégation sous cisaillement. Tandis que dans le cas des coulis de faible concentration volumique le filler calcaire a un effet d'atténuation de ségrégation.
- Le critère de ségrégabilité des coulis pendant l'essai rhéométrique est valable dans tous les cas précédents.

Cette étude permet d'ouvrir plusieurs perspectives qui pourront enrichir et approfondir les résultats obtenus ainsi qu'élargir le champ d'applications envisageables. Notons, en premier lieu, que malgré la large gamme de paramètres de composition étudiée dans le cadre de ce travail, tous les coulis sont à base du même de ciment. Cependant, la ségrégation dépend, entre autres, de la granularité des particules du ciment et de leur capacité de structuration. Il serait donc opportun de vérifier dans quelle mesure notre méthodologie et le critère de ségrégabilité déterminé sont valables pour différents types de ciment. Surtout, en ce qui concerne les ciments Portland composés contenant des additions calcaires compte tenu du rôle ambivalent de ce type d'addition ou, encore, d'autres additions (cendres volantes, fumées de silice ou laitiers) qui peuvent avoir de effets particuliers vis-à-vis de la ségrégation compte tenu de la variabilité de la finesse et de la forme des particules.

Notons, d'autre part, que notre méthodologie de caractérisation de la ségrégabilité des coulis cimentaires se base sur l'influence importante que le gap peut avoir sur le comportement rhéologique. Il est tout à fait possible d'envisager une méthodologie adaptée, basée sur le même principe pour caractériser la ségrégabilité des mortiers et des bétons fluides sous cisaillement, à condition de disposer d'un rhéomètre capable de fonctionner avec différentes valeurs du gap.

Enfin, nous pensons que les perspectives de ce travail ne se limitent pas dans le domaine de la caractérisation rhéologique des coulis (ou éventuellement des mortiers et des bétons fluides) mais peuvent être facilement projetées dans le domaine des applications courantes. Citons, par exemple, le remplissage des gaines de précontrainte où le coulis injecté subit de taux de cisaillement variables suivant les dimensions de l'espace injecté et les pression et débits d'injection. Il serait intéressant de confronter le comportement éventuellement ségrégatif du coulis dans ces conditions de cisaillement comparativement à son comportement au cours de l'essai rhéométrique afin de définir des seuils de stabilité adéquate à ce type d'application.

RÉFÉRENCES

- Atzeni, C. *et al.* (1985). "Comparison between rheological models for portland cement pastes." *Cement and Concrete Research* 15(3): 511-519.
- Banfill, P. F. G. (2011). "Additivity effects in the rheology of fresh concrete containing water-reducing admixtures." *Construction and Building Materials* 25(6): 2955-2960.
- Barnes, H. A. et U. o. Wales (2002). *Viscosity*, University of Wales.
- Beaupré, D. (1994). *Rheology of High Performance Shotcrete*, University of British Columbia, Canada.
- Bentz, D. P. et K. K. Hansen (2000). "Preliminary observations of water movement in cement pastes during curing using X-ray absorption." *Cement and Concrete Research* 30(7): 1157-1168.
- Bhatty, J. I. et P. F. G. Banfill (1982). "Sedimentation behaviour in cement pastes subjected to continuous shear in rotational viscometers." *Cement and Concrete Research* 12(1): 69-78.
- Curcio, F. et B. A. DeAngelis (1998). "Dilatant Behavior of Superplasticized Cement Pastes Containing Metakaolin 1." *Cement and Concrete Research* 28(5): 629-634.
- Cyr, M. (1999). *Contribution à la caractérisation des fines minérales et à la compréhension de leur rôle joué dans le comportement rhéologique des matrices cimentaires* Thèse de doctorat.
- Chhabra, R. P. (2006). *Bubbles, Drops, and Particles in Non-Newtonian Fluids*, CRC Press
- Daimon, M. et D. M. Roy (1978). "Rheological properties of cement mixes: I. Methods, preliminary experiments, and adsorption studies." *Cement and Concrete Research* 8(6): 753-764.
- Dano, C. et N. Derache (2001). *Grout injection in the laboratory. Landmarks in Earth Reinforcement*, International Symposium on Earth Reinforcement. Fukuoka, Japan.
- De Larrard, F. *et al.* (1998). "Fresh concrete: A Herschel-Bulkley material." *Materials and Structures* 31(7): 494-498.

-
- Evans, I. D. (1992). "Letter of the editor: on the nature of the yield stress." *Jour. Of Rheol.* 36(7): 1313 - 1316.
- Ferraris, C. et F. De Larrard (1998). "Testing and modelling of fresh concrete rheology." National Institute of Standards and Technology, NISTR 6094, Gaithersburg, MD, February: 61.
- G.Conrrazé et J.L.Grossiord (2014). *Initiation à la rhéologie : Bases théoriques et applications expérimentales.*
- Geiker, M. R. *et al.* (2002). "The effect of measuring procedure on the apparent rheological properties of self-compacting concrete." *Cement and Concrete Research* 32(11): 1791-1795.
- Geiker, M. R. *et al.* (2002). "On the effect of coarse aggregate fraction and shape on the rheological properties of self-compacting." *Cement, Concrete and Aggregates*, 24: 3-6.
- Gelade, P. (2001). *Stabilité et comportement rhéologique des coulis d'injection* Thèse de doctorat, Université de Paris VII, France.
- Houlsby, A. C. (1990). *Construction and Design of Cement Grouting: A Guide to Grouting in Rock Foundations*, Wiley.
- Hu, C. (1995). *Rhéologie des bétons fluides* Ecole Nationale des Ponts et Chaussées.
- Hu, C. *et al.* (1995). "Rheological testing and modelling of fresh high performance concrete." *Materials and Structures* 28(1): 1-7.
- Jarny, S. *et al.* (2008). "Modelling thixotropic behavior of fresh cement pastes from MRI measurements." *Cement and Concrete Research* 38(5): 616-623.
- Krieger, I. M. et T. J. Dougherty (1959). "A Mechanism for Non-Newtonian Flow in Suspensions of Rigid Spheres." *Journal of Rheology* 3: 137.
- Khayat, K. H. (1998). "Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials — An overview." *Cement and Concrete Composites* 20(2–3): 171-188.
- Khayat, K. H. *et al.* (2002). "Influence of Thixotropy on Stability Characteristics of Cement Grout and Concrete." *Materials Journal* 99(3).
-

-
- Lachemi, M. *et al.* (2004). "Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste." *Cement and Concrete Research* 34(2): 185-193.
- Leemann, A. et F. Winnefeld (2007). "The effect of viscosity modifying agents on mortar and concrete." *Cement and Concrete Composites* 29(5): 341-349.
- Legrand, C. *et al.* (1982). *Le béton hydraulique*, Presses ENPC, Paris.
- Lootens, D. (2004). *Cements and concentrated model suspensions. Flow, jamming and flocculation*, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI.
- Macosko, C. W. (1994). *Rheology: Principles, Measurements, and Applications*, Wiley.
- Mikanovic, N. et C. Jolicoeur (2008). "Influence of superplasticizers on the rheology and stability of limestone and cement pastes." *Cement and Concrete Research* 38(7): 907-919.
- Minh, H. *et al.* (2007). "Influence of grouting condition on crack and load-carrying capacity of post-tensioned concrete beam due to chloride-induced corrosion." *Construction and Building Materials* 21(7): 1568-1575.
- Mork, J. H. (1994). *Theology of fresh concrete: Its relationship to the relative content of cement, gypsum and hemihydrate*.
- Mørtzell, E. (1996). *Effect of constituent materials on the rheology of fresh concrete*.
- Nägele, E. (1985). "The zeta-potential of cement." *Cement and Concrete Research* 15(3): 453-462.
- Neubauer, C. M. *et al.* (1998). "Interparticle Potential and Sedimentation Behavior of Cement Suspensions: Effects of Admixtures." *Advanced Cement Based Materials* 8(1): 17-27.
- Nguyen, V.-H. (2007). *Comportement rhéologique et écoulement au cône de Marsh des coulis cimentaires* Thèse de doctorat.
- Nguyen, V.-H. *et al.* (2011). "Influence of cement grouts composition on the rheological behaviour." *Cement and Concrete Research* 41(3): 292-300.
-

-
- Papo, A. (1988). "Rheological models for cement pastes." *Materials and Structures* 21(1): 41-46.
- Peng, Y. et S. Jacobsen (2013). "Influence of water/cement ratio, admixtures and filler on sedimentation and bleeding of cement paste." *Cement and Concrete Research* 54(0): 133-142.
- Perrot, A. *et al.* (2012). "Yield stress and bleeding of fresh cement pastes." *Cement and Concrete Research* 42(7): 937-944.
- Pierre, A. *et al.* (1989). "Adsorption d'un fluidifiant du ciment sur le carbonate de calcium." *Cement and Concrete Research* 19(5): 692-702.
- Pierre Gelade *et al.* (2002). "Study of Sedimentation Phenomena." *Appl. Rheol.* 12: 12-17.
- Phan, T.-H. (2007). *Rhéologie et stabilité des pâtes de ciment utilisées dans la formulation des bétons fluides*, Cachan, Ecole normale supérieure
- Phan, T. H. *et al.* (2006). "Influence of organic admixtures on the rheological behaviour of cement pastes." *Cement and Concrete Research* 36(10): 1807-1813.
- Radocea, A. (1992). "A new method for studying bleeding of cement paste." *Cement and Concrete Research* 22(5): 855-868.
- Rosquoët, F. *et al.* (2003). "Experimental study of cement grout: Rheological behavior and sedimentation." *Cement and Concrete Research* 33(5): 713-722.
- Roussel, N. et R. Le Roy (2005). "The Marsh cone: a test or a rheological apparatus?" *Cement and Concrete Research* 35(5): 823-830.
- Roussel, N. *et al.* (2012). "The origins of thixotropy of fresh cement pastes." *Cement and Concrete Research* 42(1): 148-157.
- Roussel, N. *et al.* (2005). "From mini-cone test to Abrams cone test: measurement of cement-based materials yield stress using slump tests." *Cement and Concrete Research* 35(5): 817-822.
- Roy, D. M. *et al.* (1982). "Effects of bleeding Materials on the Rheology of Cement Pastes and Concretes." *Proceedings, Symposium M, Material Research Society.*
-

-
- Schwartzentruber, L. D. A. *et al.* (2006). "Rheological behaviour of fresh cement pastes formulated from a Self Compacting Concrete (SCC)." *Cement and Concrete Research* 36(7): 1203-1213.
- Shiotani, T. *et al.* (2009). "Elastic wave validation of large concrete structures repaired by means of cement grouting." *Construction and Building Materials* 23(7): 2647-2652.
- Tattersall, G. H. (1991). *Workability and Quality Control of Concrete*, E&FN Spon, London.
- Tattersall, G. H. et P. F. G. Banfill (1983). *The rheology of fresh concrete*, Pitman Advanced Publishing Program.
- Taylor, H. F. (1997). *Cement chemistry*, Thomas Telford.
- Wallevik (2009). *Introduction to rheology of fresh concrete*. Innovation Center Iceland.
- Wallevik, O. H. et J. E. Wallevik (2011). "Rheology as a tool in concrete science: The use of rheographs and workability boxes." *Cement and Concrete Research* 41(12): 1279-1288.
- Wallevik, Ó. H. et J. E. Wallevik (2004). "Rheology of Cementitious Materials."
- Williams, R. A. *et al.* (1990). "Experimental techniques for monitoring sedimentation in optically opaque suspensions." *Colloids and Surfaces* 43(1): 1-32.
- Woodward, R. J. et E. Miller (1990). *Grouting post-tensioned concrete bridges : the prevention of voids*. London, ROYAUME-UNI, Institution of Highways & Transportation. 37.
- Y. Peng, S. J., Weerdt K. De, B. Pedersen (2014). "Model and Test Methods for Stability of Fresh Cement Paste." *Advances in Civil Engineering Materials*.
- Yahia, A. et K. H. Khayat (2001). "Analytical models for estimating yield stress of high-performance pseudoplastic grout." *Cement and Concrete Research* 31(5): 731-738.
- Yahia, A. et K. H. Khayat (2003). "Applicability of rheological models to high-performance grouts containing supplementary cementitious materials and viscosity enhancing admixture." *Materials and Structures* 36(6): 402-412.
-

Yang, M. *et al.* (1997). "Interparticle potential and sedimentation behavior of cement suspensions: Review and results from paste." *Advanced Cement Based Materials* 5(1): 1-7.

Yeoh, A. K. (1982). *The effect of cement properties on the workability of concrete*, University of Sheffield.

La fiche technique du ciment CEM I 52.5 N CP2 est accessible sur le site <http://www.ciments-calcia.fr/>

La fiche technique du filler Betocarb® HP – MX est accessible sur le site <http://www.omya.fr/C125757F0044BA0E/vwWebPagesByID/99B9F046A2144DA9C125752700565B9D>

La fiche technique du superplastifiant BASF GLENIUM ACE 456 est accessible sur le site <http://www.master-builders-solutions.basf.fr/fr-fr/products/masterglenium/365>

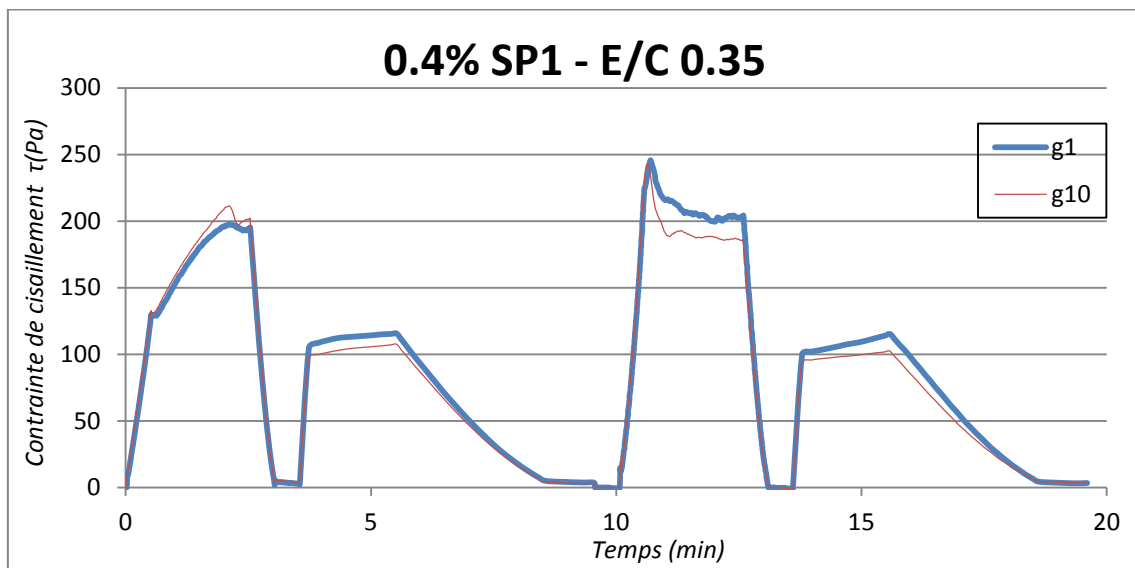
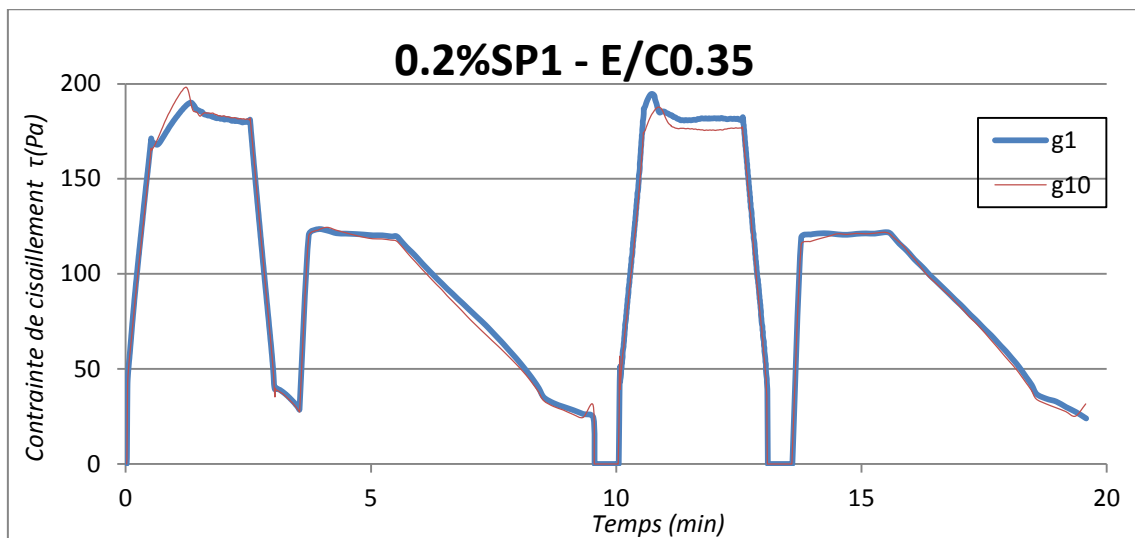
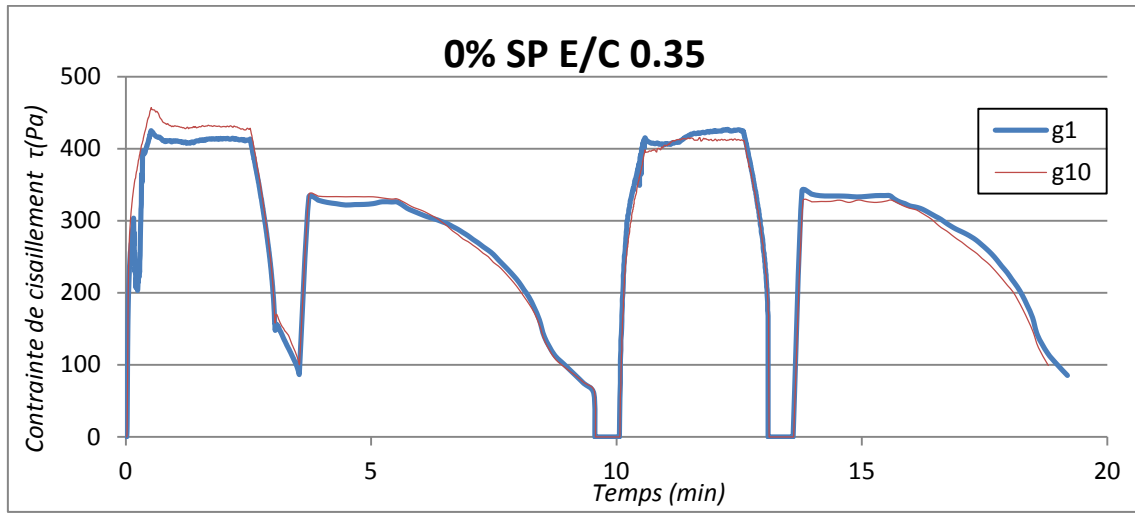
La fiche technique du superplastifiant CHRYSO Fluid GT est accessible sur le site http://www.chryso.com/upload/t_documents/Fichier_L1/42880/ft_CHRYSOFluid_GT_FR.pdf

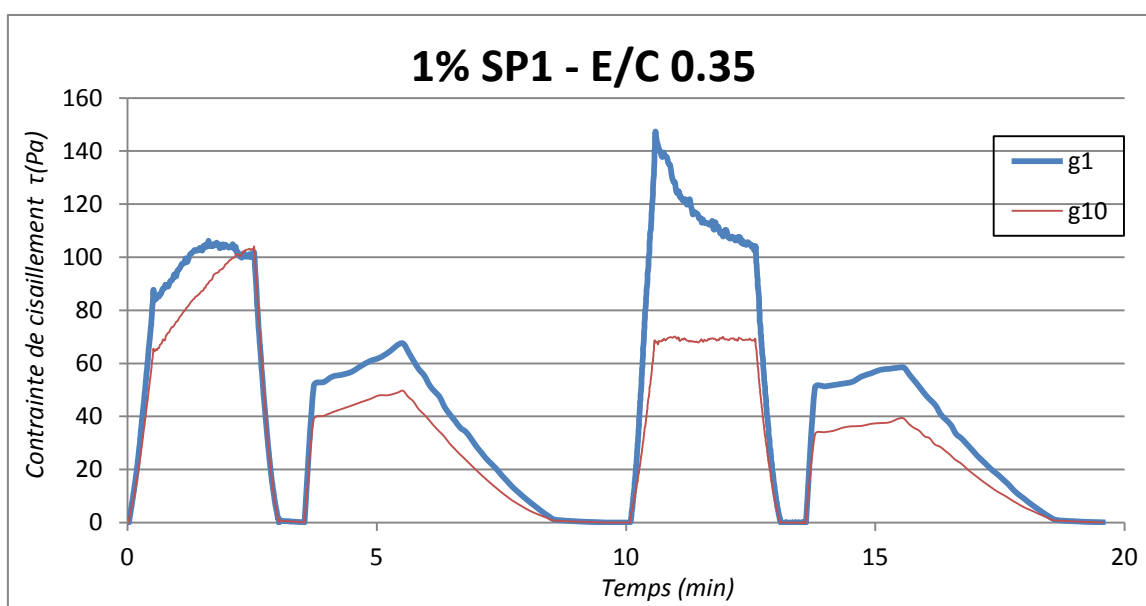
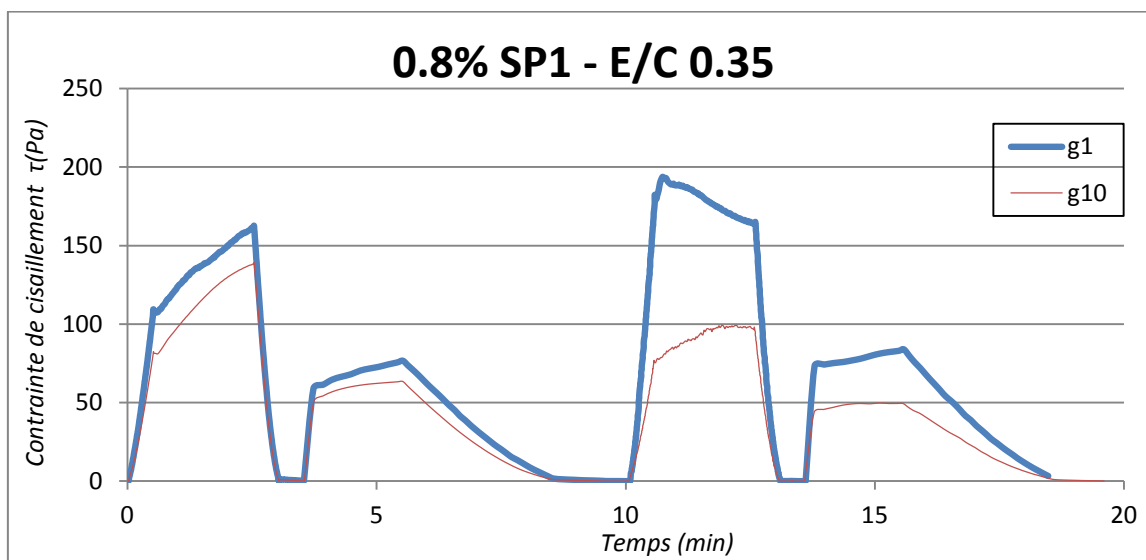
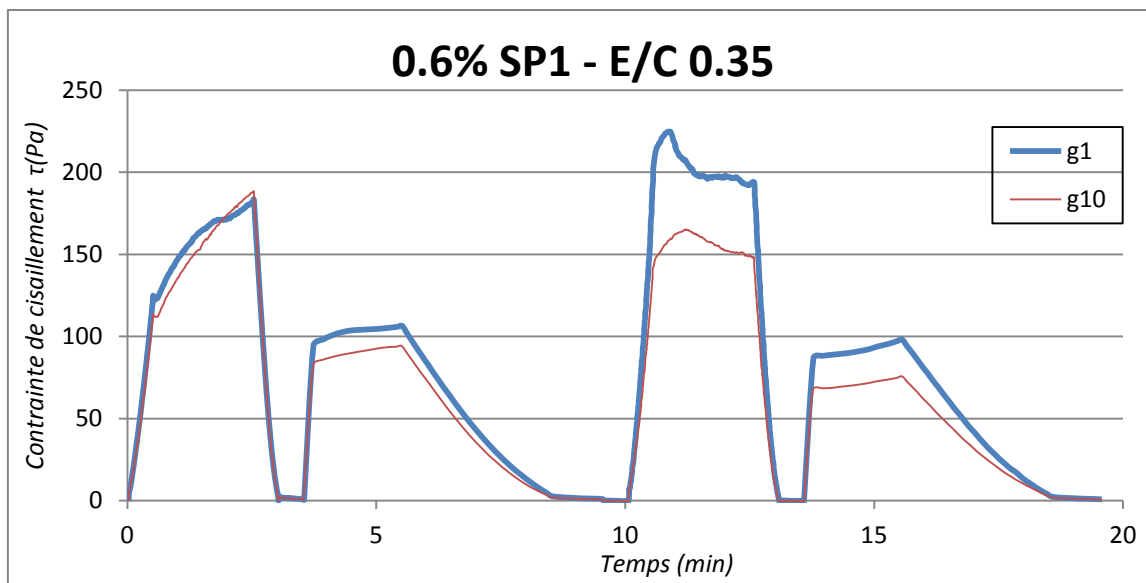
La fiche technique de l'agent de viscosité METHOCEL J 75 MS-N est accessible sur le site <http://www.dowconstructionchemicals.com/na/en/products/ceramic/rtu/75.htm>

ANNEXE

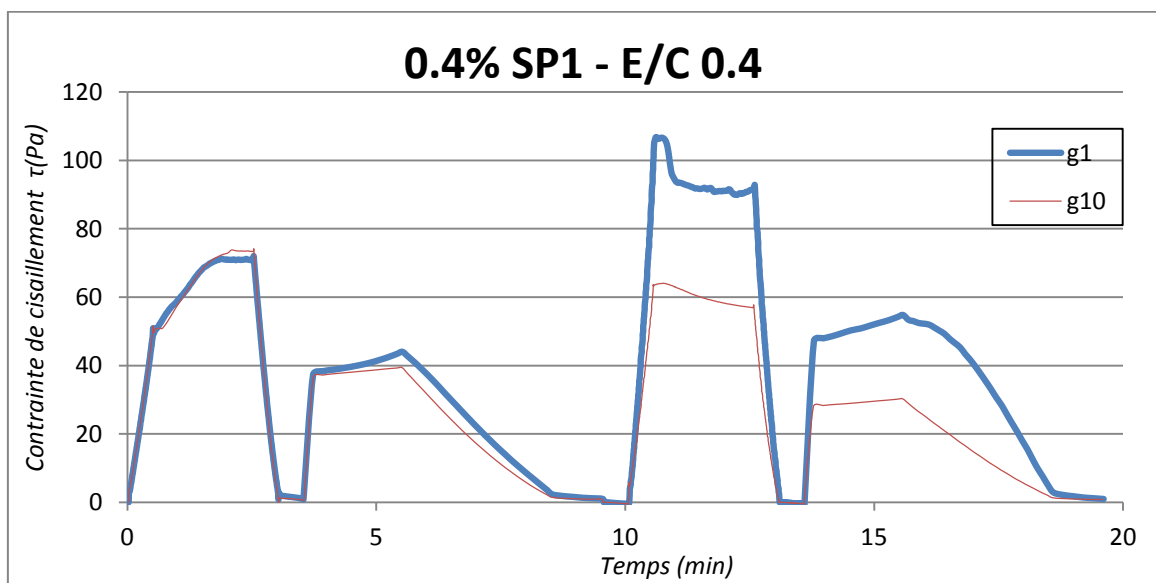
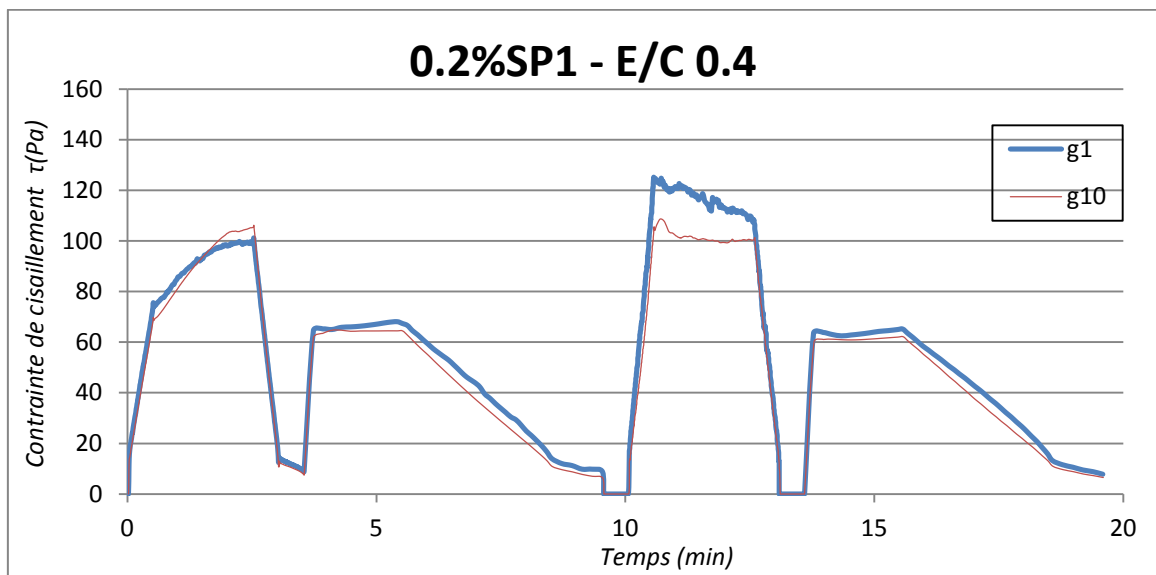
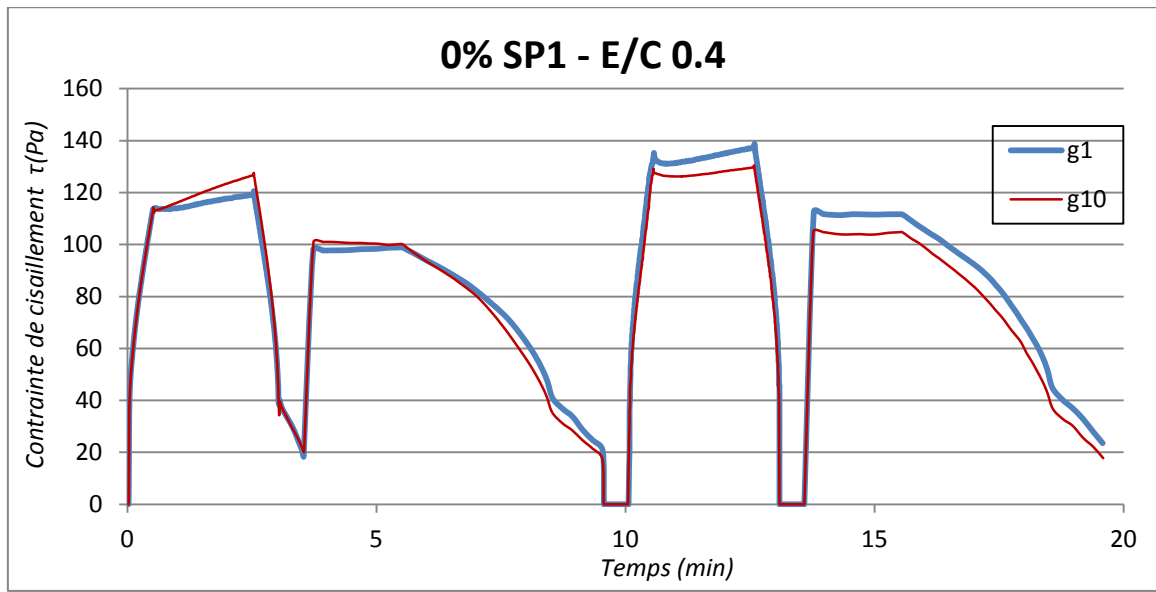
Variation de la contrainte de cisaillement au cours de l'essai

1. Coulis de rapport E/C 0.35

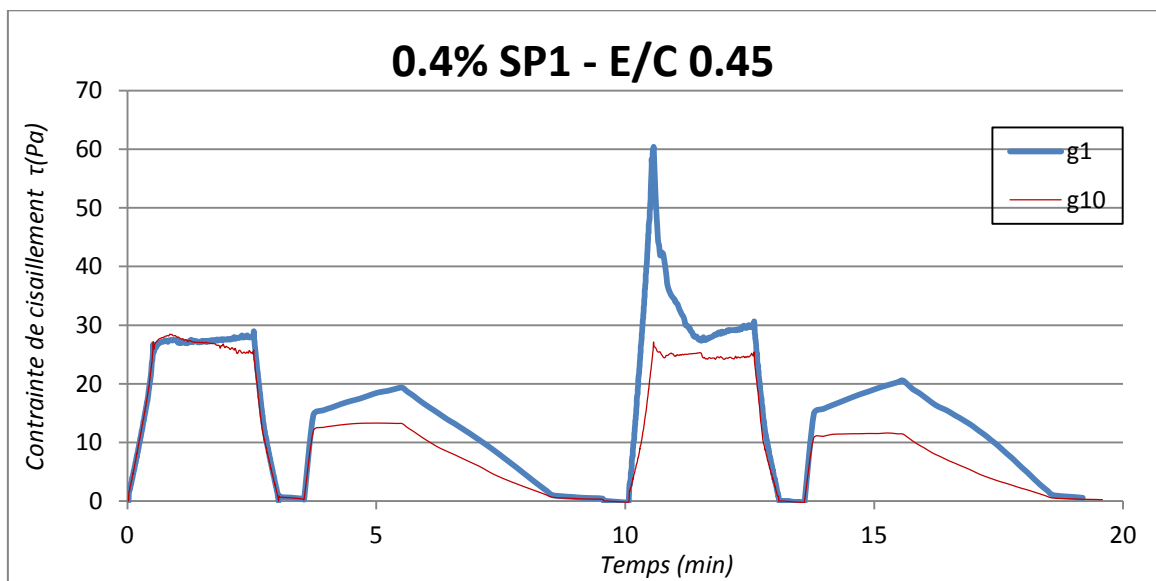
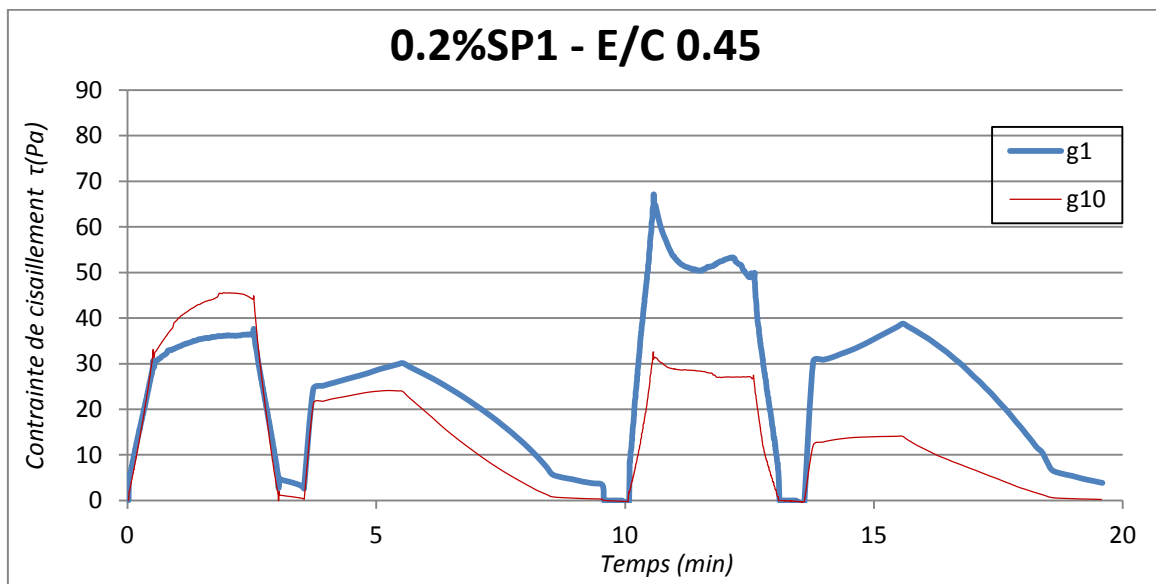
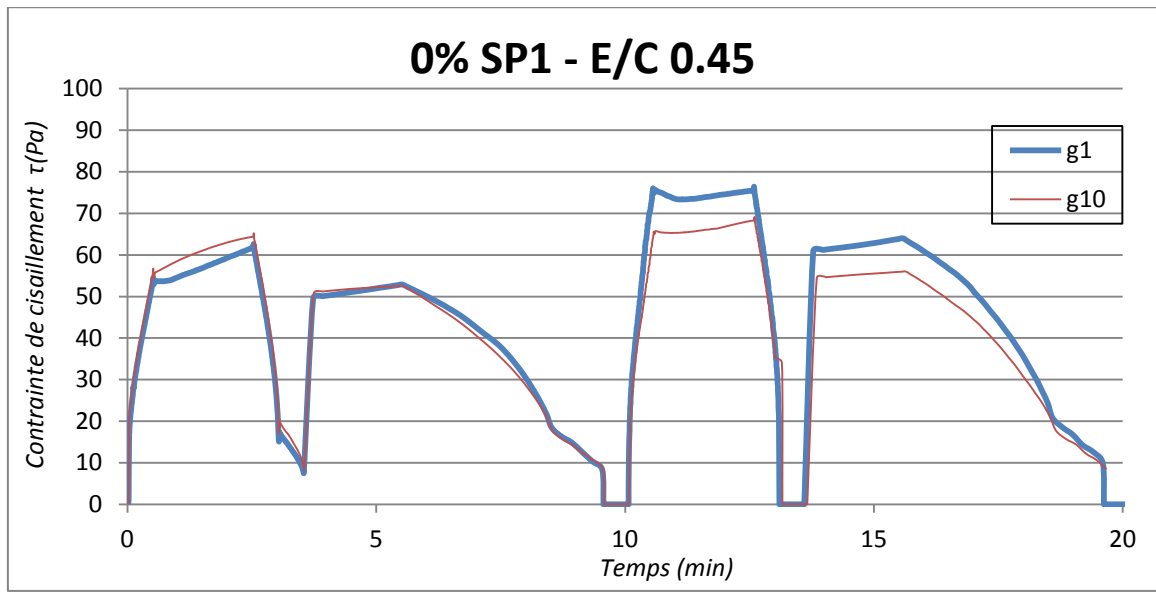


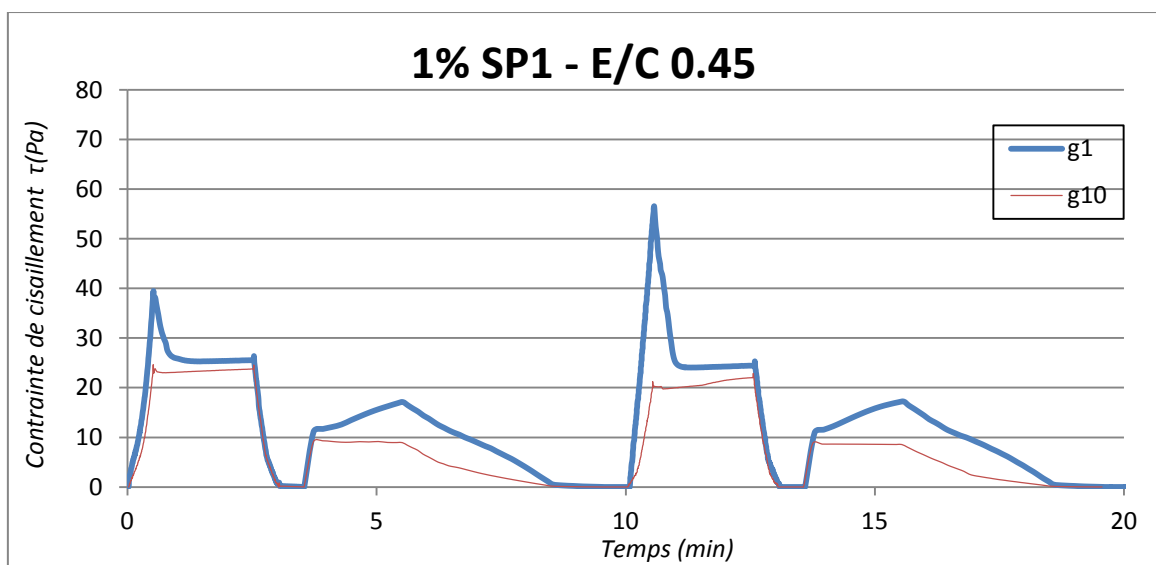
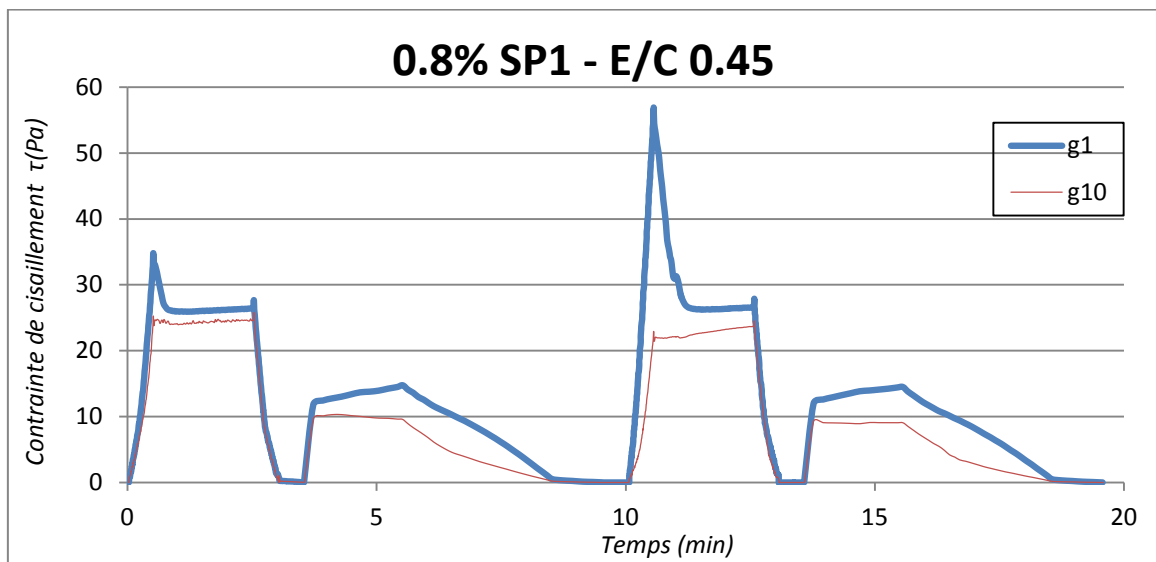
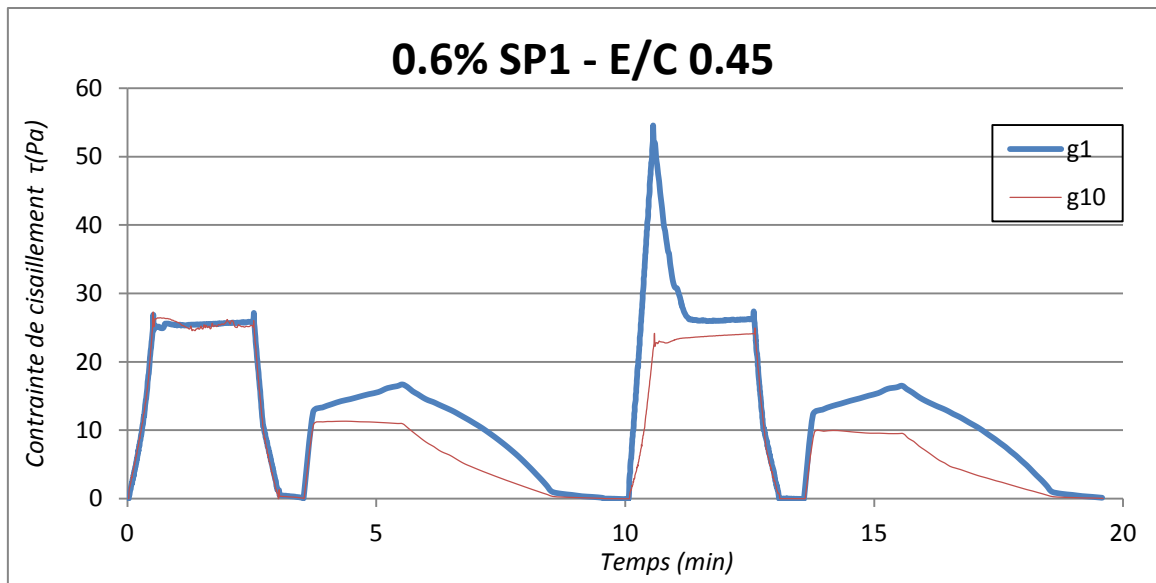


2. Coulis de rapport E/C 0.4

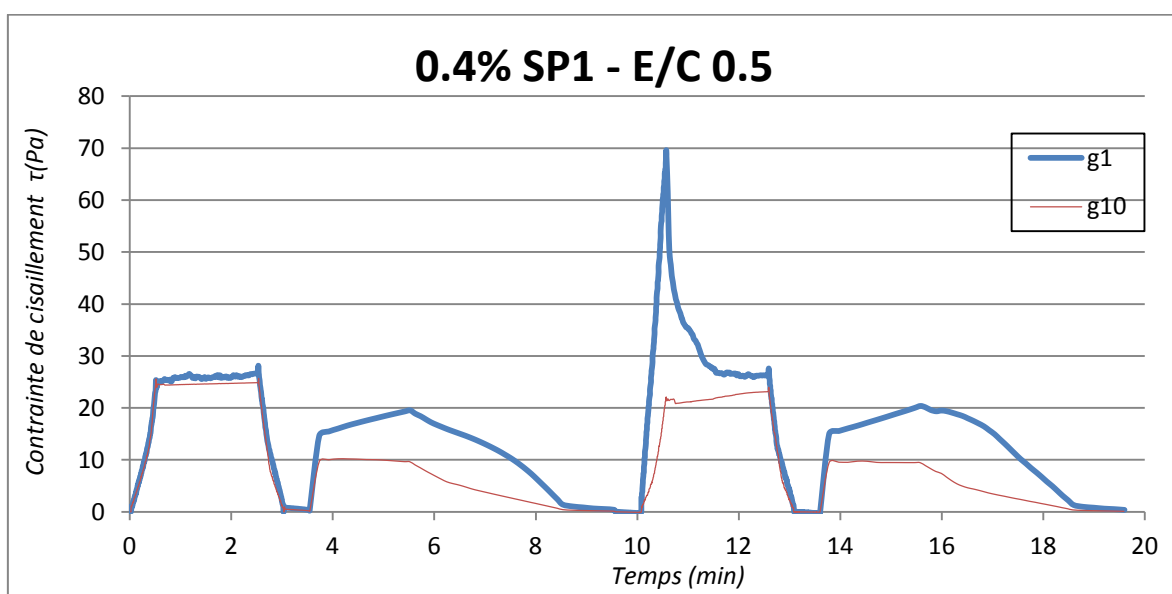
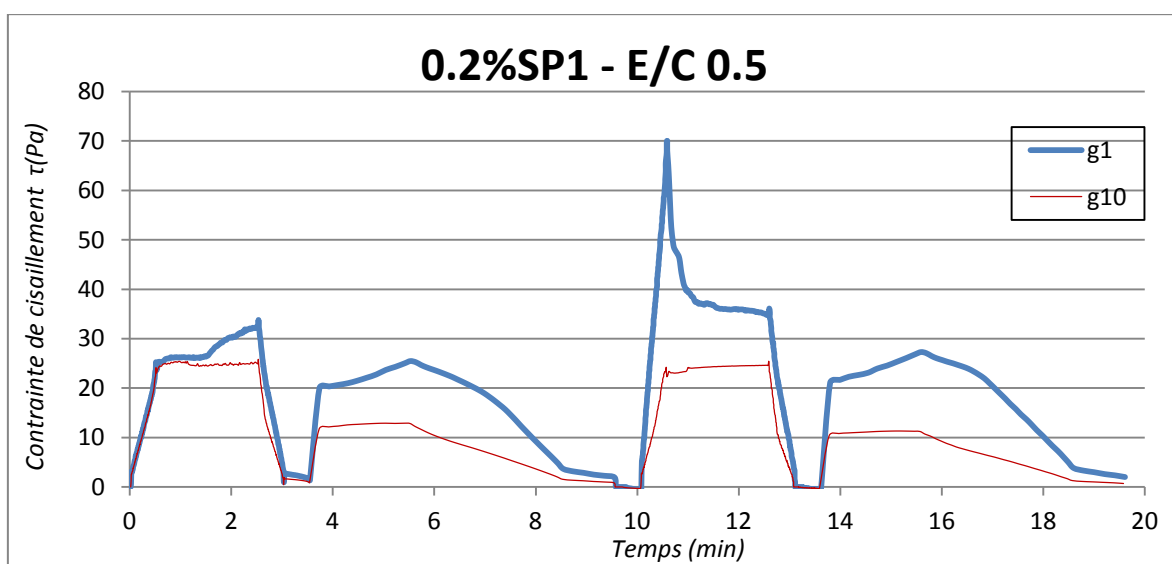
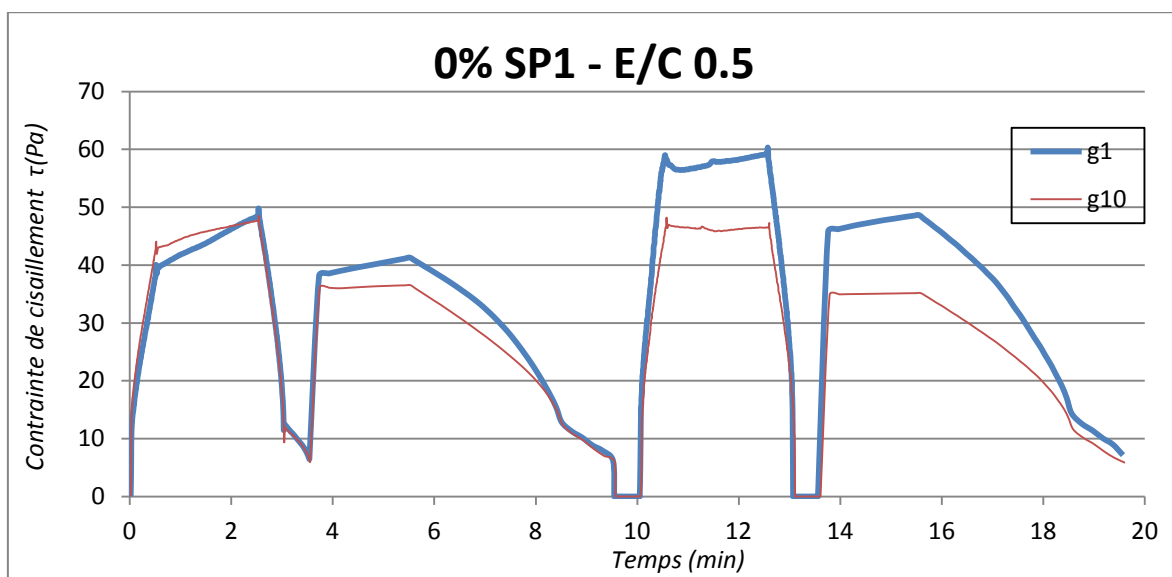


3. Coulis de rapport E/C 0.45





4. Coulis de rapport E/C 0.5



LISTE DES FIGURES

Figure 1- 1: Classification des types de recherche sur le béton frais d'après (Roy et al. 1982)	5
Figure 1- 2: Schéma de la déformation de cisaillement	6
Figure 1- 3: Représentation schématique des courbes d'écoulement correspondant à différents types de comportements rhéologiques.....	10
Figure 1- 4 : Schématisation des rhéogrammes correspondant à des produits : (a) thixotrope (b) antithixotrope	11
Figure 1- 5: Comportement dépendant du temps	11
Figure 1- 6: Evolution de la viscosité en fonction du temps d'un matériau thixotrope soumis une contrainte de cisaillement maintenue constante puis nulle. [D'après Phan (2007)]	12
Figure 1- 7 : Comportement rhéologique de différents types de béton [D'après C. Ferraris, De Larrard, F., 1998] : (a) béton ordinaire (b) bétons à haute performance (c) béton autoplaçant.....	13
Figure 1- 8 : Courbe d'écoulement pour les fluides de Herschel-Bulkley et Bingham	14
Figure 1- 9: Représentation schématique du principe de fonctionnement des rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux [D'après (Nguyen 2007)].	16
Figure 1- 10: Représentation schématique du glissement relatif entre deux surfaces cylindriques dans les rhéomètres rotatifs à cylindres coaxiaux [D'après (Nguyen 2007)]......	16
Figure 1- 11 : Variation du couple de rotation M en fonction de la vitesse de rotation Ω pour certains coulis cimentaires non adjuvants [D'après (Nguyen 2007)].	19
Figure 1- 12 : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires non adjuvants [D'après (Cyr 1999)].....	19
Figure 1- 13 : Effet d'une addition d'eau ou de différents adjuvants sur la rhéologie [D'après (Beaupré 1994)]	20
Figure 1- 14 : Effet de la quantité de superplastifiant sur l'allure des courbes d'écoulement et sur le comportement rhéologique des pâtes pures de ciment. [D'après (Cyr 1999)].....	20
Figure 1- 15 : Variations de viscosité apparente à un taux de cisaillement faible pour les coulis adjuvants avec différents dosage en agent de viscosité (VEA) en fonction du dosage en superplastifiant (HRWR) [D'après (Khayat 1998)].....	21

Figure 1- 16: Influence de l'addition minérale sur le comportement des coulis cimentaires (a) sans adjuvant ou (b) adjuvanté avec superplastifiant [D'après (Cyr 1999)]....	22
Figure 1- 17 : Schéma récapitulatif des différents domaines d'application de coulis de ciment en fonction du rapport massique eau/ciment [D'après (Rosquoët et al. 2003)]	22
Figure 1- 18 : Représentation schématique de la structure floculée des coulis cimentaires [D'après (Khayat et al. 2002)]	24
Figure 1- 19 : Suspension floculée et phénomène de consolidation : a) état initiale de la suspension ; b) état final avec ressuage [D'après (Gelade 2001)].....	24
Figure 1- 20 : Suspension défloculée et phénomène de sédimentation : a) état initiale de la suspension ; b) état final [D'après (Gelade 2001)]	25
Figure 1- 21 : Configuration de mesure de fraction solide du coulis [D'après (Y. Peng 2014)]	26
Figure 1- 22 : Mesure de la masse apparente d'une plaque prolongée dans un coulis	27
Figure 1- 23 : Modèle conceptuel pour la sédimentation des coulis cimentaires, méthode HYSPT [D'après (Radocea 1992)] (a) sédimentation des particules de mono-taille (b) changement de la pression hydrostatique.....	27
Figure 1- 24 : Configuration HYSPT pour la mesure de la sédimentation [D'après (Y. Peng 2014)].....	28
Figure 1- 25 : (a) Schéma du banc γ -densitomètre [D'après (Rosquoët et al. 2003)]	29
Figure 1- 26 : Schémas de l'essai de sédimentation sous cisaillement proposé par Bhatti et Banfill avec quatre niveaux de prélèvement du coulis dans le viscosimètre cylindres coaxiaux [D'après (Bhatti et Banfill 1982)]	30
Figure 1- 27 : Schéma de principe de l'étude de sédimentation sous cisaillement par gamma-densimétrie [D'après (Gelade 2001)]	30
Figure 1- 28 : Essai de Gelade : a) au début de l'essai ; b) après certain temps[D'après (Gelade 2001)]	31
Figure 1- 29 : Expérience de Gélade faite sur un coulis qui reste homogène au repos pour des taux de cisaillement différents [D'après (Gelade 2001)].....	31
Figure 1- 30 : La ségrégation des coulis sans adjuvant en fonction du rapport E/C. [D'après (Perrot et al. 2012)].....	32
Figure 1- 31 : L'effet de la fraction solide sur la ségrégation du coulis cimentaire avec deux natures de ciment [D'après (Radocea 1992)]	32

Figure 1- 32 : La ségrégation des coulis cimentaires sans adjuvant en fonction du temps, mesuré par la méthode HYSPT : a) hauteur du fond ;b) à mi-hauteur (voir Figure 1- 24) [D’après (Peng et Jacobsen 2013)]	33
Figure 1- 33 : Evaluation du ressuage en fonction du rapport E/C pour trois hauteur différents (Perrot et al. 2012)	33
Figure 1- 34 : Effet du rapport E/C sur la sédimentation des coulis cimentaires sous cisaillement pour deux géométries (CIG et HIG) [D’après (Bhatty et Banfill 1982)].....	34
Figure 1- 35 : Profile de fraction solide des coulis. Influence du dosage en superplastifiant. [D’après (Gelade 2001)]	34
Figure 1- 36 : Sédimentation des coulis avec des différents dosage en superplastifiant [D’après (Neubauer et al. 1998)]	35
Figure 2-1 : Courbe granulométrique du filler calcaire CA	39
Figure 2-2 : Malaxeur utilisé pour la confection des coulis cimentaires.	42
Figure 2-3 : Schéma et dimensions du mini-cône.	43
Figure 2-4 : Rhéomètre Haake RS150	44
Figure 2-5 : Cylindres Z43 (fixe) et Z38/S (mobile).....	44
Figure 2-6 : Domaines du taux de cisaillement et de la contrainte de cisaillement mesurables par le rhéomètre Haake RS150 et cylindre Z38/S.	45
Figure 2-7 : (a) Caractéristiques géométriques des cylindres du rhéomètre (b) Désignation des différents volumes du coulis dans le rhéomètre.	46
Figure 2-8 : Schéma simplifié de l’effet de paroi d’une suspension mono disperse contre un cylindre lisse.	48
Figure 2- 9 : Schémas de l’essai de caractérisation de la ségrégation statique	49
Figure 3- 1 : Protocole proposé par O. Wallevik pour le contrôle de la ségrégation des bétons pendant un essai rhéométrique (Wallevik 2009).	52
Figure 3-2 : Protocole d’essai rhéométrique	53
Figure 3-3 : Protocole d’essais rhéométrique comportant une phase montante et une phase descendante proposé par V.H. Nguyen (Nguyen 2007).	54
Figure 3-4 : Courbe d’écoulement en phase montante et en phase descendante d’un coulis de rapport E/C = 0,45 sans adjuvant.....	55

Figure 3-5 : Les courbes d'écoulement mesurées dans la gamme de taux de cisaillement $0,1 \text{ s}^{-1}$ - 100 s^{-1} et $0,1 \text{ s}^{-1}$ - 300 s^{-1} du coulis de rapport E/C 0,45 sans adjuvant...	56
Figure 3-6 : Exemple de mesure de contrainte de cisaillement sur un palier du taux de cisaillement (capture d'écran).....	57
Figure 3-7 : Répartition des volumes de coulis dans le rhéomètre	57
Figure 3-8 : Influence du gap sur la variation de la contrainte de cisaillement du coulis avec un rapport E/C 0,45et adjuvanté avec 1% de superplastifiant SP1.....	58
Figure 3- 9 : Courbe d'écoulement correspondant aux résultats de trois essais indépendants du Tableau 3-1.	60
Figure 3- 10 : Mesure de la masse volumique du coulis à 5 étapes caractéristiques du protocole	61
Figure 3- 11: Désignation des différents volumes de coulis prélevés dans le rhéomètre pour la mesure de la masse volumique.	62
Figure 3- 12 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant au repos en fonction du temps	64
Figure 3- 13 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1 en fonction du temps au repos	64
Figure 3- 14 : Evolution de la ségrégation du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1 au repos.....	65
Figure 3- 15 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant en fonction du temps pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 1mm	65
Figure 3- 16 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant en fonction du temps pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 10mm	66
Figure 3-17 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1 et évolution de l'état du coulis pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 1mm	66
Figure 3-18 : Variation de la masse volumique du coulis de rapport E/C 0,45 et 1% de SP1 et évolution de l'état du coulis pendant l'essai rhéométrique avec le gap de 10mm	67
Figure 3-19 : Influence du gap sur la variation de masse volumique de la partie haute du volume cisailé (MV1) du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1% de SP1	69
Figure 3-20 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 sans adjuvant au cours de l'essai rhéométrique.	70

Figure 3-21 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1% de SP1 au cours de l'essai rhéométrique.	70
Figure 3-22 : Courbe d'écoulement du coulis stable au premier cycle pour les deux gaps	72
Figure 3-23 : Courbe d'écoulement du coulis ségrégatif au premier cycle pour deux gaps	72
Figure 3- 24 : Courbe d'écoulement du coulis stable lors de deux cycles de cisaillement avec (a) un gap de 1 mm et (b) un gap de 10 mm.....	73
Figure 3- 25 : Courbe d'écoulement du coulis ségrégatif lors de deux cycles de cisaillement avec (a) un gap de 1 mm et (b) un gap de 10 mm	74
Figure 4- 1 : Protocole de mesure rhéologique et désignation des différents moments de prélèvement du coulis dans le rhéomètre pour la mesure de la masse volumique	78
Figure 4- 2 : Variation de l'étalement au mini-cône en fonction du rapport E/C des coulis sans adjuvant.....	79
Figure 4- 3 : Essai de l'étalement du coulis de rapport E/C 0,35 sans adjuvant	80
Figure 4- 4 : Evolution de la fraction solide des coulis sans adjuvant dans la partie haute du tube d'essai en fonction du temps de repos	80
Figure 4- 5 : Diminution de la fraction solide des coulis sans adjuvant dans l'intervalle [0-2] des essais rhéométriques en fonction (a) du rapport E/C et (b) de la fraction solide initiale.....	82
Figure 4- 6 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 sans adjuvant au cours de l'essai rhéométrique	83
Figure 4- 7 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,50 sans adjuvant au cours de l'essai rhéométrique	83
Figure 4- 8 : Courbes d'écoulement des coulis non adjuvanté	84
Figure 4- 9 : Evolution de la fraction solide des coulis avec 0,4 % SP1 dans la partie haute du tube d'essai en fonction du temps de repos	85
Figure 4- 10 : Diminution de la fraction solide des coulis avec 0.4% de SP1 dans l'intervalle [0-2] des essais rhéométriques en fonction (a) du rapport E/C et (b) de la fraction solide	86
Figure 4- 11 : Diminution de la fraction solide des coulis avec 0.4% de SP1 dans l'intervalle [0-2] des essais rhéométriques en fonction du rapport E/C.....	87
Figure 4- 12: Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.4 avec 0.4% de SP1 au cours de l'essai rhéométrique	88

Figure 4- 13: Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 0,4% de SP1 au cours de l'essai rhéométrique.....	88
Figure 4- 14 : Variation de l'étalement au mini-cône en fonction du dosage en superplastifiant des coulis cimentaires	90
Figure 4- 15 : Essai de l'étalement du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1% de superplastifiant SP1	90
Figure 4- 16 : Diminution de la fraction solide des coulis dans la partie haute du tube d'essai après 60 minutes au repos.....	91
Figure 4- 17 : Diminution de la fraction solide dans l'intervalle [0-2] des coulis dont le rapport E/C varie de 0,35 à 0,50 en fonction du dosage de superplastifiant pour le gap de 1mm et 10mm.....	93
Figure 4- 18 : Diminution de la fraction solide dans l'intervalle [0-1] des coulis cimentaires en fonction du dosage en superplastifiant SP1	94
Figure 4- 19 : Diminution de la fraction solide dans l'intervalle [1-2] des coulis cimentaires en fonction du dosage en superplastifiant SP1	95
Figure 4- 20 : Augmentation de la fraction solide dans l'intervalle [2-3] des coulis cimentaires en fonction du dosage en superplastifiant SP1	97
Figure 4- 21 : Corrélation de la variation de la fraction solide entre les intervalles [0-1] et [2- 3].....	98
Figure 4- 22 : Corrélation de la variation de la fraction solide entre les intervalles [0-2] et [2- 3].....	98
Figure 4- 23 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 sans adjuvant .	100
Figure 4- 24 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 avec 0,2% de SP1	100
Figure 4- 25 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 avec 0,6% de SP1	100
Figure 4- 26 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,35 avec 1,0% de SP1	101
Figure 4- 27 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 sans adjuvant .	101
Figure 4- 28 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 0,6% de SP1	101
Figure 4- 29 : Evolution de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0% de SP1	102

Figure 4- 30 : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires de rapport E/C 0.35 avec différents dosages en superplastifiant SP1 : (a) 0% de SP1 ; (b) 0,6% de SP1 ; (c) 1% de SP1	104
Figure 4- 31 : Courbes d'écoulement des coulis cimentaires de rapport E/C 0.45 avec différents dosages en superplastifiant SP1 : (a) 0% de SP1 ; (b) 0,6% de SP1 ; (c) 1% de SP1	104
Figure 4- 32 : Détermination de la fraction solide du coulis E/C 0,45 avec 1,0% SP1 dans les différentes parties du rhéomètre à la fin du premier cycle pour les deux gaps	106
Figure 4- 33 : Diminution de la fraction solide des coulis à l'état statique et après le premier cycle de cisaillement en fonction des paramètres de formulation	107
Figure 4- 34 : Diagramme de ségrégabilité des coulis cimentaires.....	108
Figure 4- 35 : Représentation des paramètres rhéologiques de ségrégabilité	109
Figure 4- 36 : Représentation des variations de la fraction solide	109
Figure 4- 37 : Variation du critère rhéométrique de ségrégabilité des coulis sous cisaillement en fonction des paramètres de formulation.....	111
Figure 4- 38 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide $\Delta\phi_{0-2}$	112
Figure 5- 1 : Evolution d'étalement des coulis adjuvantés avec 1% de SP1 et avec 1% de SP2 en fonction du rapport E/C	115
Figure 5- 2 : Diminution de la fraction solide de la partie haute du tube au repos des coulis avec 1% de SP1 et avec 1% de SP2 en fonction du rapport E/C.....	116
Figure 5- 3 : Diminution de la fraction solide au cours du premier cycle de cisaillement des coulis adjuvantés avec 1,0 % de SP1 et avec 1,0 % de SP2 en fonction du rapport E/C pour le gap de 1 mm et 10 mm	117
Figure 5- 4 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.35 avec 1,0 % de SP2	118
Figure 5- 5 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.40 avec 1,0 % de SP2	118
Figure 5- 6 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.45 avec 1,0 % de SP2	118
Figure 5- 7 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0.50 avec 1,0 % de SP2	119

Figure 5- 8 : Comparaison de la variation de la contrainte de cisaillement des coulis de rapport E/C 0,45 (a) avec 0,2 % de SP1 et (b) avec 1,0 % de SP2	120
Figure 5- 9 : Variation d'étalement du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 en fonction dosage en agent de viscosité.....	121
Figure 5- 10 : Diminution de la fraction solide mesurée expérimentale par l'essai statique après 60 minutes du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 en fonction du dosage en agent de viscosité	121
Figure 5- 11 : Diminution de la fraction solide à la fin du premier cycle du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 en fonction du dosage en agent de viscosité.....	122
Figure 5- 12 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et sans AV	123
Figure 5- 13 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et 0.03% de AV	123
Figure 5- 14 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et 0.05 % de AV.....	124
Figure 5- 15 : Variation de la contrainte de cisaillement du coulis E/C 0,45 avec 1,0 % de SP1 et 0.10 % de AV.....	124
Figure 5- 16 : Variation de l'étalement des coulis avec 0,4 % de SP1 avec et sans addition calcaire en fonction de la fraction solide	125
Figure 5- 17 : Diminution de la fraction solide de la partie haute du tube au repos des coulis avec 0,4 % de SP1 avec et sans addition calcaire.....	126
Figure 5- 18 : Influence de filler calcaire sur la diminution de la fraction solide des coulis au cours du premier cycle de la caractérisation rhéométrique en fonction de la quantité de superplastifiant.....	127
Figure 5- 19 : Diminution de la fraction solide pendant le premier cycle de cisaillement des coulis adjuvantés de 0,4 % de SP1 avec et sans calcaire en fonction de la fraction solide initiale	128
Figure 5- 20 : Comparaison de variation de la contrainte de cisaillement des coulis de fraction volumique initiale ϕ_0 0,476 avec 0,2 % de SP1(a) sans addition et (b) avec 30 % addition calcaire	129
Figure 5- 21 : Comparaison de variation de la contrainte de cisaillement des coulis de fraction volumique initiale ϕ_0 0,414 avec 1 % de SP1(a) sans addition et (b) avec 30 % addition calcaire.....	130

Figure 5- 22 : Variation du critère de ségrégabilité S_g des coulis avec 1% SP1 et 1%SP2 en fonction du rapport E/C	130
Figure 5- 23 : Variation du critère de ségrégabilité S_g du coulis de rapport E/C 0,45 avec 1 % SP1 en fonction du dosage en agent de viscosité	131
Figure 5- 24 : Variation du critère de ségrégabilité S_g pour les coulis adjuvantés avec 0,4 % SP1 avec ou sans addition calcaire en fonction de la fraction volumique initiale	131
Figure 5- 25 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide $\Delta\phi_{0-2}$ pour les coulis étudiés dans le chapitre 5	132
Figure 5- 26 : Corrélation entre le critère rhéométrique de ségrégabilité et la diminution de la fraction solide $\Delta\phi_{0-2}$ pour tous les coulis étudiés dans cette étude	132

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1- 1 : Les modèles de comportement rhéologique pour les matériaux cimentaires [D'après (Yahia et Khayat 2001)]	14
Tableau 2-1 : Caractéristiques du ciment CEM I 52.5 N CP2.	38
Tableau 2-2 : Caractéristiques du filler calcaire CA	39
Tableau 2-3 : Caractéristiques du superplastifiant SP1	40
Tableau 2-4 : Caractéristiques du superplastifiant SP2.....	41
Tableau 2-5 : Caractéristiques de l'agent de viscosité AV	41
Tableau 2-6 : Procédure de malaxage des coulis cimentaires	43
Tableau 2-7 : Répartition des volumes dans le rhéomètre en fonction du gap.	46
Tableau 3- 1: Contraintes de cisaillement mesurées à différents paliers du taux de cisaillement lors de trois essais indépendants suivant le protocole d'essais rhéométrique ..	60
Tableau 4- 1 : Composition des coulis cimentaires non adjuvantés étudiés	79
Tableau 4- 2 : Composition des coulis cimentaires avec superplastifiant SP1	84
Tableau 4- 3 : Composition des coulis cimentaires.....	89
Tableau 4- 4 : Vérification de la validité de différents critères de ségrégabilité.....	110
Tableau 5- 1 : Composition des coulis cimentaires adjuvantés avec le superplastifiant SP2 en comparaison avec ceux adjuvantés avec le superplastifiant SP1	115
Tableau 5- 2 : Composition des coulis cimentaires avec 30 % de substitution du ciment par l'addition calcaire.	125